

51

Int. Cl.:

C 07 d, 27/04

Document FP13
Appl. No. 10/573,066

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 12 p. 2

10

11

21

22

43

Offenlegungsschrift 2012 656

Aktenzeichen: P 20 12 656.1

Anmeldetag: 17. März 1970

Offenlegungstag: 30. September 1971

Ausstellungspriorität —

Unionspriorität

Datum:	19. 3. 1969	2. 4. 1969	11. 4. 1969	19. 4. 1969
	9. 5. 1969	27. 5. 1969	28. 5. 1969	
Land:	Japan			
Aktenzeichen:	21529-69	25795-69	28585-69	30455-69
	35919-69	41504-69	41874-69	

30

32

33

31

54

Bezeichnung: N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imide, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung als Mikrobicide

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Sumitomo Chemical Company, Ltd., Osaka (Japan)

Vertreter: Jung, E., Dr.-Chem. Dr. phil.; Vossius, V., Dipl.-Chem. Dr. rer. nat.; Schirdewahn, J., Dipl.-Phys. Dr. rer. nat.; Patentanwälte, 8000 München

72

Als-Erfinder benannt: Fujinami, Akira, Ashiya, Ozaki, Toshiaki; Yamamoto, Sigeo; Toyonaka, Ooba, Shigehiro; Tanaka, Katsutoshi; Kameda, Nobuyuki; Takarazuka; Nodera, Katsuji, Nishinomiya; Akiba, Keiichiro, Ikeda; Ooishi, Tadashi, Minoo (Japan)

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): —
Prüfungsantrag gemäß § 28 b PatG ist gestellt

DT 2012656

BEST AVAILABLE COPY

9 71 109 840/1796

56/100

112

DIPL.-CHEM. DR. ELISABETH JUNG
DIPL.-CHEM. DR. VOLKER VOSSIUS
DIPL.-PHYS. DR. JURGEN SCHIRDEWAHN
PATENTANWÄLTE

8 MÜNCHEN 23.
CLEMENSSTRASSE 30
TELEFON 345067
TELEGRAMM-ADRESSE: INVENT/MÜNCHEN
TELEX 5-29886

17. März 1977

2012656

u.Z.: F 087 C (Vo/kä)

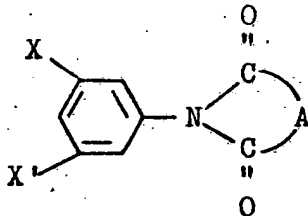
POS - 20 910

SUMITOMO CHEMICAL COMPANY; LTD.,

Osaka, Japan

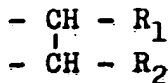
" N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imide, Verfahren zu ihrer Herstellung
und ihre Verwendung als Mikrobicide "

Die Erfindung betrifft neue N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imide der
allgemeinen Formel I



(I)

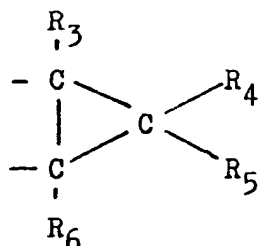
in der X und X' Halogenatome bedeuten und A eine substituierte
Äthylengruppe der allgemeinen Formel



ist, in der R₁ einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen, ein Halogen-
atom, einen Alkylthioest mit 1 bis 10 C-Atomen, einen niederen
Alkenylthioest, einen niederen Acylthioest, einen Aralkylthio-,
Phenylthio-, halogenierten Phenylthio-, methylierten Phenylthio-
oder nitrierten Phenylthioest, einen Dialkylaminorest mit 1 bis

109840/1796

6 C-Atomen in den Alkylresten, den Rest eines cyclischen sekundären Amins mit 4 oder 5 C-Atomen, die Morpholinogruppe, einen Alkylsulfinylrest mit 1 bis 10 C-Atomen, oder einen Arylalkylsulfinylrest und R_2 ein Wasserstoff- oder Halogenatom oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen bedeuten, mit der Massgabe, dass R_1 ein Alkylrest ist, falls R_2 ein Alkylrest ist, R_1 ein Halogenatom ist, falls R_2 ein Halogenatom ist und R_1 ein anderer der genannten Reste als ein Alkylrest ist, falls R_2 ein Wasserstoffatom ist, oder A eine Cyclopropylengruppe der allgemeinen Formel



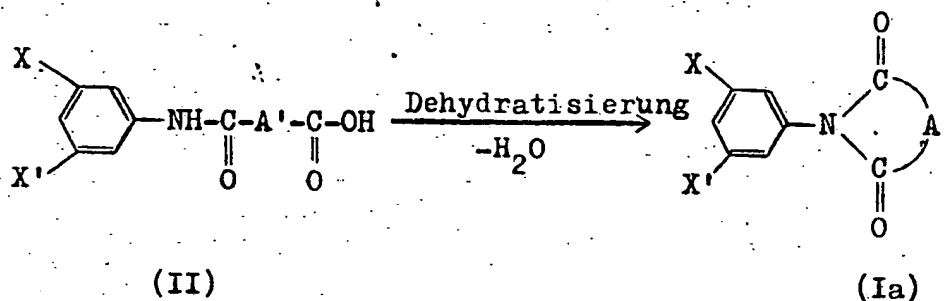
ist, in der R_3 , R_4 , R_5 und R_6 , die gleich oder verschieden sein können, Wasserstoffatome oder Alkylreste mit 1 bis 4 C-Atomen bedeuten, oder A die Trimethylen-, Cyclohexylen-1,2-, Cyclohexenylen-1,2-, Cyclohexadienylen-1,2- oder o-Phenylengruppe bedeutet.

Beispiele für die Halogenatome sind Fluor-, Chlor-, Brom- und Jodatome. Beispiele für den Rest eines cyclischen sekundären Amins mit 4 oder 5 C-Atomen sind die Pyrrolidino- und Piperidinogruppe.

Die Erfindung betrifft auch Verfahren zur Herstellung der Verbindungen der allgemeinen Formel I. Die verschiedenen Möglichkeiten sind nachstehend angegeben.

Verfahren (a)

Wenn in den Verbindungen der allgemeinen Formel I der Rest A ein anderer Rest ist als ein Alkylsulfinyläthylen- oder Aralkylsulfinyläthylenrest, d.h. der Rest R_1 ein anderer Rest als ein Alkylsulfinyl- oder Aralkylsulfinylrest ist, können die Verbindungen nach folgendem Reaktionsschema hergestellt werden:



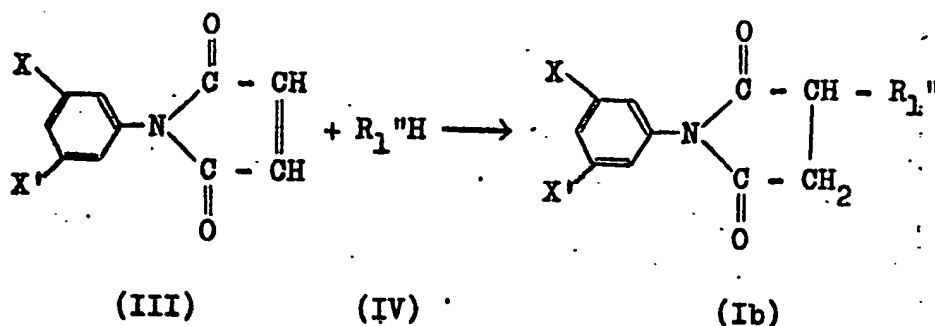
Verfahren (b)

Die Herstellung von Verbindungen der allgemeinen Formel I, in der A eine substituierte Äthylengruppe bedeutet, in der R_2 ein Wasserstoffatom und R_1 einen Alkylthioest, einen niederen Alkylthioest, einen niederen Acylthioest, einen Aralkylthioest, einen halogenierten Phenylthioest, einen methylierten Phenylthioest, einen nitrierten Phenylthioest, eine Dialkylaminogruppe, den Rest eines cyclischen sekundären Amins, die Morpholinogruppe oder ein Halogenatom bedeutet, erfolgt die Herstellung nach folgendem Reaktionsschema:

109840/1796

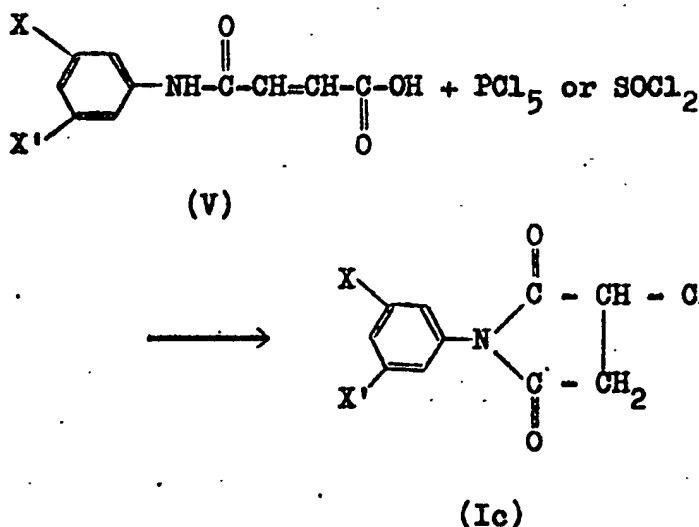
AMERICAN CHEMICAL SOCIETY

BAD ORIGINAL



Verfahren (c)

Zur Herstellung von Verbindungen der allgemeinen Formel I, in der A eine substituierte Äthylengruppe bedeutet, in der R₂ ein Wasserstoffatom und R₁ ein Chloratom ist, erfolgt das Verfahren schematisch nach folgender Gleichung:

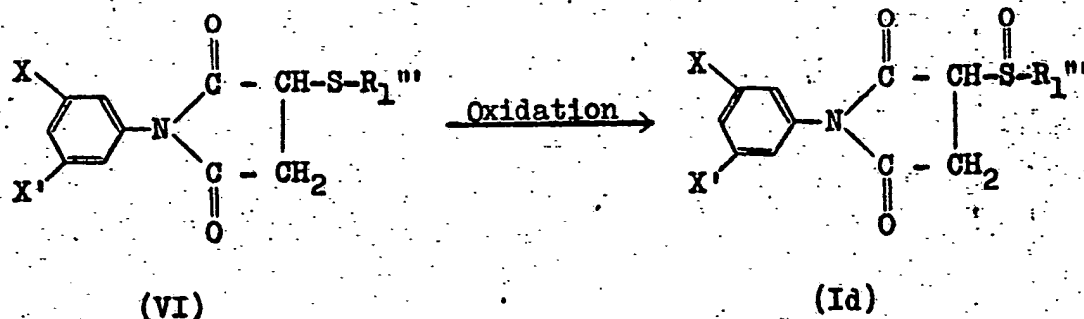


Verfahren (d)

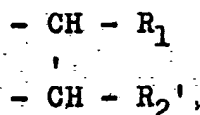
Zur Herstellung von Verbindungen der allgemeinen Formel I, in der A eine substituierte Äthylengruppe bedeutet, in der R₂ ein Wasserstoffatom und R₁ ein Alkylsulfinyl- oder Aralkylsulfinylrest ist, erfolgt die Reaktion schematisch nach folgender Gleichung:

109840/1796

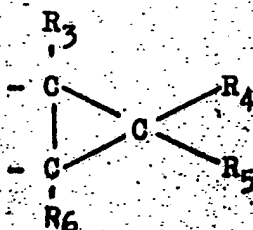
ORIGINAL INSPECTED



In den vorstehend beschriebenen Formeln der Verfahren (a) bis (d) haben X und X' die vorstehende Bedeutung, A' ist eine substituierte Äthylengruppe der allgemeinen Formel



in der R_2' die gleiche Bedeutung hat wie R_2 und R_1' ein Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen, ein Halogenatom, ein Alkylthio- oder Alkylthio- mit 1 bis 10 C-Atomen, ein niedriger Alkenylthio- oder Acylthio- rest, ein Aralkylthio-, Phenylthio-, halogenierter Phenylthio-, methylierter Phenylthio- oder nitrierter Phenylthio- rest, ein Dialkylaminorest mit 1 bis 6 C-Atomen in den Alkylresten, der Rest eines cyclischen sekundären Amins mit 4 oder 5 C-Atomen oder die Morpholinogruppe ist, mit der Massgabe, dass R_1' ein Alkylrest ist, falls R_2 ein Alkylrest ist, R_1' ein Halogenatom ist, falls R_2 ein Halogenatom ist und R_1' einen anderen Rest bedeutet, als einen Alkylrest, falls R_2 ein Halogenatom ist, oder A' ein Cyclopropylenrest der allgemeinen Formel



109840/1798

ORIGINAL INSPECTED

ist, in der R_3 , R_4 , R_5 und R_6 die obige Bedeutung haben, oder A' die Trimethylen-, Cyclohexylen-1,2-, Cyclohexenylen-1,2-, Cyclohexadienylen-1,2- oder o-Phenylengruppe bedeuten, R_1 " ein Alkylthio- oder Alkenylthio- oder Acylthio- oder Aralkylthio-, Phenylthio- oder halogenierter Phenylthio- oder Dialkylaminorest mit 1 bis 6 C-Atomen in den Alkylresten, der Rest eines cyclischen sekundären Amins mit 4 oder 5 C-Atomen, die Morpholinogruppe oder ein Halogenatom ist, und R_1 " ein Alkylrest mit 1 bis 10 C-Atomen, ein Aralkyl- oder niederer Alkenylrest ist.

Nachstehend werden die Verfahren der Erfindung eingehender erläutert.

Verfahren (a)

Dieses Verfahren betrifft die cyclisierende Dehydratisierung einer Verbindung der allgemeinen Formel II. Nach diesem Verfahren können sämtliche N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imide der Erfindung hergestellt werden, mit Ausnahme derjenigen Verbindungen der allgemeinen Formel I, in der A die Alkylsulfinyläthylen- oder Aralkylsulfinyläthylengruppe bedeutet. Die Cyclisierung wird dadurch erreicht, dass man die Verbindung der allgemeinen Formel II auf 150 bis 250°C, vorzugsweise 180 bis 200°C, erhitzt oder die Verbindung der allgemeinen Formel II bei Temperaturen von 20 bis 150°C, vorzugsweise 60 bis 100°C, mit einem Dehydratisierungsmittel behandelt. Beispiele für verwendbare Dehydratisierungsmittel sind Säureanhydride, wie Essigsäureanhydrid, Phosphorpentachlorid, Phosphoroxichlorid, Phosphorpentoxid, Acetylchlorid und Thionylchlorid. Besonders bevorzugt ist Essigsäureanhydrid.

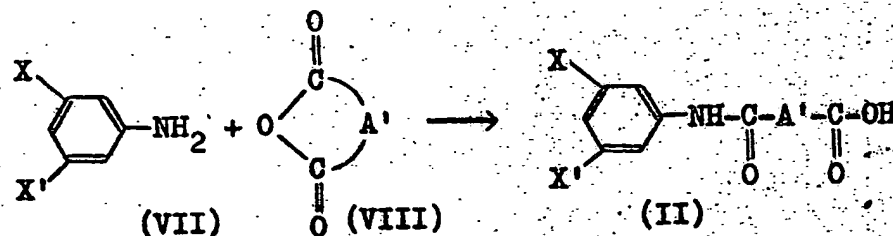
109840/1798

ORIGINAL INSPECTED

Das Dehydratisierungsmittel wird in mindestens äquimolarer Menge zur Verbindung der allgemeinen Formel II verwendet. Die cyclisierende Dehydratisierung kann in Abwesenheit oder Gegenwart eines Lösungs- oder Verdünnungsmittels durchgeführt werden. Beispiele für derartige Verdünnungsmittel sind Xylol, flüssiges Paraffin, Nitrobenzol und Dichlorbenzol. Beispiele für Lösungsmittel sind Benzol, Toluol, Xylol, Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff. Die Umsetzung ist im allgemeinen innerhalb 30 Minuten bis 10 Stunden beendet.

Wenn in den Verbindungen der allgemeinen Formel II die Reste X und X' identisch sind und der Rest A' nicht symmetrisch ist, existiert die Ausgangsverbindung der allgemeinen Formel II in zwei Strukturisomeren. Aus diesen beiden Isomeren erhält man jedoch das identische Produkt der allgemeinen Formel Ia.

Die verfahrensgemäss eingesetzten Verbindungen der allgemeinen Formel II sind neue Verbindungen, die sich leicht z.B. durch Acylierung eines entsprechenden 3,5-Dihalogenanilins mit dem entsprechenden Carbonsäureanhydrid nach folgendem Reaktionsschema herstellen lassen:



Verfahren (b)

Dieses Verfahren besteht in der Anlagerung einer Verbindung der allgemeinen Formel IV an die Doppelbindung der N-(3,5-Dihalogphenyl)-maleinimide der allgemeinen Formel III. Bei dieser Umsetzung wird die Verbindung der allgemeinen Formel IV in äquimolarer Menge oder geringem Überschuss verwendet. Die Reaktions-temperatur hängt von der Art des Restes R_1 ab, sie liegt im allgemeinen bei -10 bis $+100^{\circ}\text{C}$, vorzugsweise bei 0 bis 30°C , wenn R_1 ein Alkylthiorest, ein niederer Alkenylthio- oder Acylthiorest, ein Aralkylthio-, Phenylthio-, halogenierter Phenylthio-, methylierter Phenylthio- oder nitrierter Phenylthiorest, ein Dialkylaminorest, der Rest eines cyclischen sekundären Amins mit 4 oder 5 C-Atomen oder die Morpholinogruppe ist. Die Reaktions-temperatur liegt bei 0 bis 100°C , vorzugsweise 20 bis 50°C , wenn der Rest R_1 ein Halogenatom bedeutet. Die Umsetzung wird vorzugsweise in einem Lösungsmittel durchgeführt. Die Art des verwendeten Lösungsmittels hängt von der Art des Restes R_1 ab. Im allgemeinen wird als Lösungsmittel Benzol, Toluol, Xylol, ein aliphatischer Kohlenwasserstoff, ein schwach polares Lösungsmittel, wie Diäthyläther oder Chloroform, Dioxan, Tetrahydrofuran, Dimethylformamid oder Dimethylsulfoxid verwendet. Wenn der Rest R_1 einen anderen Rest bedeutet als ein Halogenatom, wird ein basischer Katalysator verwendet. Beispiele für basische Katalysatoren sind tertiäre Amine, wie Triäthylamin, Dimethylanilin, Diäthylanilin, Pyridin und N-Methylmorpholin. Triäthylamin ist bevorzugt.

Die verfahrensgemäss eingesetzten N-(3,5-Dihalogenphenyl)-maleinimide der allgemeinen Formel III lassen sich leicht durch Acylierung des entsprechenden 3,5-Dihalogenanilins mit Maleinsäureanhydrid herstellen; vergl. niederländische Offenlegungsschrift 68-17250.

Verfahren (c)

Dieses Verfahren besteht in einer intramolekularen Acylierung unter gleichzeitiger Chlorierung. Die Verbindung der allgemeinen Formel V wird hierbei mit einer äquimolaren Menge oder einem geringen Überschuss an Phosphorpentachlorid oder Thionylchlorid bei Temperaturen von 0 bis 80°C, vorzugsweise 20 bis 80°C, zur Umsetzung gebracht. Die Umsetzung kann in einem Lösungsmittel durchgeführt werden. Beispiele für verwendbare Lösungsmittel sind Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff und Chlorbenzol.

Nach beendeter Umsetzung wird das Reaktionsprodukt mit Wasser gewaschen, getrocknet und aus einem Lösungsmittel umkristallisiert. Beispiele für verwendbare Lösungsmittel sind Gemische aus Benzol und Äthanol, Petroläther und Benzol, Ligroin und Benzol oder n-Hexan und Benzol.

Die verfahrensgemäss eingesetzten Verbindungen der allgemeinen Formel V lassen sich leicht durch Acylierung eines entsprechenden 3,5-Dihalogenanilins mit Maleinsäureanhydrid herstellen.

Verfahren (d)

Bei diesem Verfahren erfolgt eine Oxidation des Thioäthers der allgemeinen Formel VI. Es werden mindestens stöchiometrische Mengen eines Oxidationsmittels verwendet, wie Wasserstoffper-

oxid, eine organische Persäure, wie Perameisensäure, Peressigsäure oder Perbenzoesäure, oder Chromsäure oder ein Permanganat. Die Oxidation wird bei Temperaturen von 0 bis 40°C, vorzugsweise 20 bis 30°C, durchgeführt. Bei Verwendung von Chromsäure oder eines Permanganats wird das Oxidationsmittel vorzugsweise nicht in grossem Überschuss verwendet. Die Umsetzung wird vorzugsweise in einem Lösungsmittel durchgeführt. Beispiele für verwendbare Lösungsmittel sind Wasser und wassermischbare Lösungsmittel, wie Aceton, Äthanol, und Essigsäure.

Die verfahrensgemäss eingesetzten Thioäther der allgemeinen Formel VI werden nach dem Verfahren (a) oder (b) hergestellt.

Die nach dem Verfahren der Erfindung erhaltenen N-(3,5-Dihalogphenyl)-imide der allgemeinen Formel I werden erforderlichenfalls gereinigt, z.B. durch Umkristallisation aus einem Lösungsmittel.

Die Erfindung betrifft ferner die Verwendung der N-(3,5-Dihalogphenyl)-imide der allgemeinen Formel I als Microbicide.

Diese Verbindungen besitzen eine starke microbicide Wirkung gegenüber den verschiedensten Microorganismen, einschliesslich pflanzenpathogenen Pilzen und Parasiten. Ferner besitzen einige der Verbindungen der Erfindung eine starke microbicide Aktivität gegenüber pathogenen Microorganismen, wie *Piricularia oryzae*, *Cochliobolus miyabeanus*, *Xanthomonas oryzae*, *Sphaerotheca fulginea*, *Pellicularia sasakii*, *Pellicularia filamentosa*, *Fusarium oxysporum*, *Corticium rolfsii*, *Botrytis cinerea*, *Sclerotinia sclerotiorum*, *Alternaria kikuchiana*, *Alternaria mali*, *Glomerella cingulata* und *Pythium*

109840/1796

BAD ORIGINAL

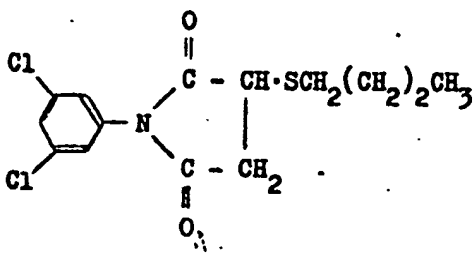
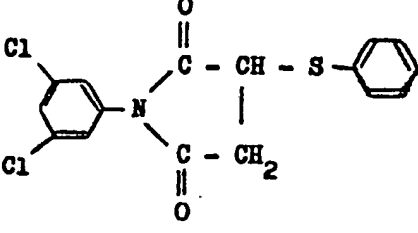
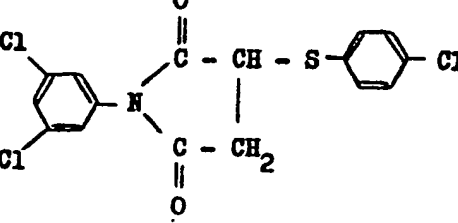
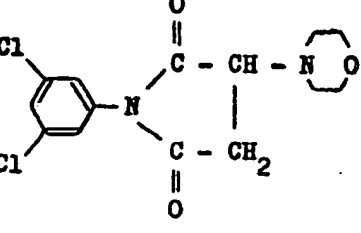
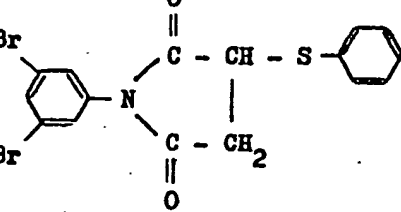
aphanidermatum, sowie Parasiten industrieller Produkte, wie Aspergillus niger, und pathogenen Mikroorganismen, wie Staphylococcus aureus, Escherichia coli und Trichophyton rubrum. Dieser Befund ist überraschend, weil analoge Verbindungen, wie die entsprechenden, in der 3,5-Stellung nicht halogenierten Derivate keine nennenswerte mikrobicide Aktivität aufweisen. In diesem Zusammenhang ist es erwähnenswert, dass einige dieser analogen Verbindungen starke herbicide Wirkung entfalten, während die Verbindungen der Erfindung keine herbicide Wirkungen zeigen.

Nachstehend werden Verbindungen der Erfindung hinsichtlich ihrer mikrobiciden Aktivität mit bekannten Verbindungen verglichen.

Versuch 1

Die Testverbindungen werden in Form von benetzbaren Pulvern mit Wasser in bestimmter Menge verdünnt und auf Reispflanzen gespritzt, die in Blumentöpfen mit einem Durchmesser von 9 cm gepflanzt und bis zum 3-blättrigen Stadium gezogen waren. In jeden Blumentopf werden 7 ml des verdünnten Präparates gegeben. Nach einem Tag werden die Pflanzen mit einer Sporensuspension von Piricularia oryzae, dem Erreger der Brusone-Krankheit, infiziert. 5 Tage später wird die Zahl der Flecken auf den Blättern beobachtet. Die Ergebnisse sind in den nachstehenden Tabellen zusammengestellt. Es ist ersichtlich, dass die Verbindungen der Erfindung eine höhere fungicide Aktivität besitzen als Verbindungen analoger Konstitution.

Tabelle I

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, ppm	Zahl der Flecken pro 10 Blätter
1		1,000	28
2		1,000	0
3		1,000	8
4		1,000	36
5		1,000	12

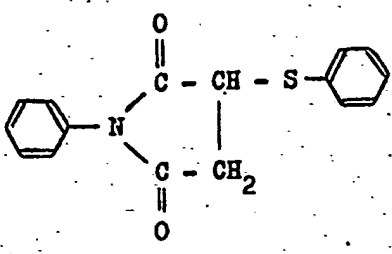
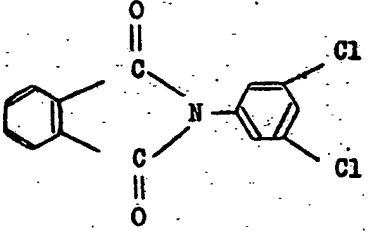
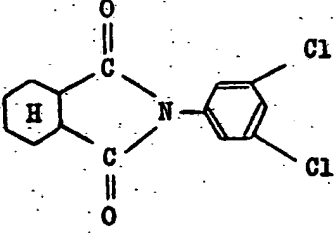
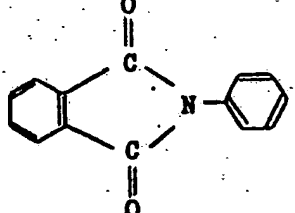
6	<p>Vergleichsverbindung</p> 	1,000	256
	unbehandelt	-	286

Tabelle II

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, $\mu\text{g/ml}$	Zahl der Flecken pro 10 Blätter
1		1,000	38
2		"	56
3	<p>Vergleichsverbindung</p> 	"	312

2012656

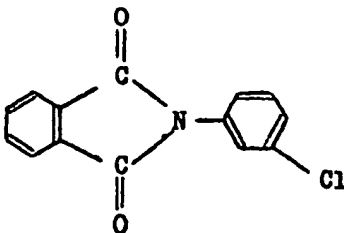
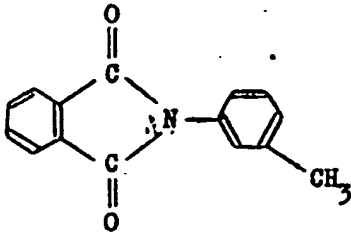
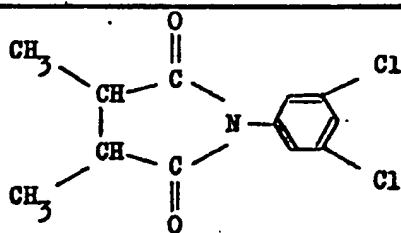
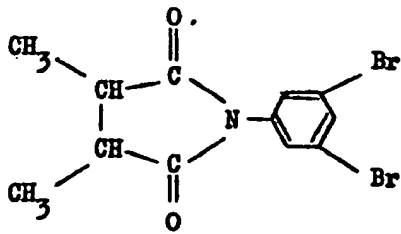
4	<p>Vergleichsverbindung</p> 	1,000	264
5	<p>Vergleichsverbindung</p> 	"	281
	unbehandelt	-	285

Tabelle III

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Zahl der Flecken pro Blatt
1		500	2.8
2		500	3.7

109840/1796

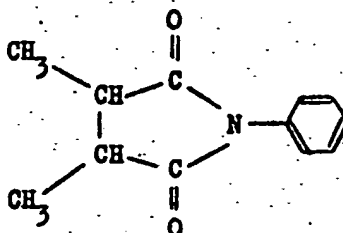
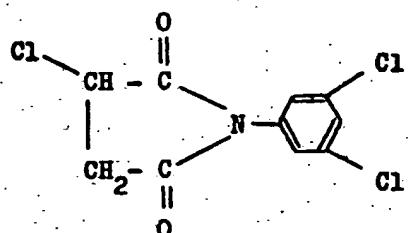
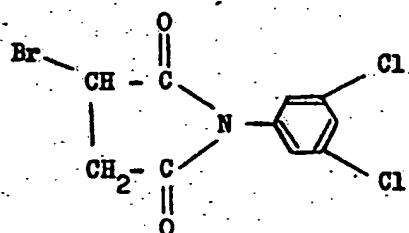
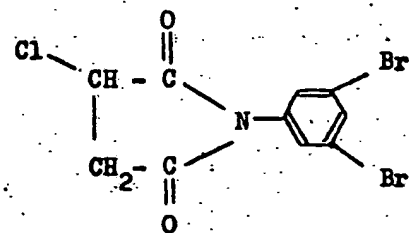
3	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	36.7
	unbehandelt	-	38.9

Tabelle IV

Nr.	Testverbindung.	Wirkstoffkonzentration µg/ml	Zahl der Flecken pro Blatt
1		500	0.6
2		500	1.4
3		500	1.2

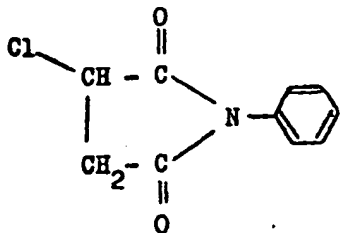
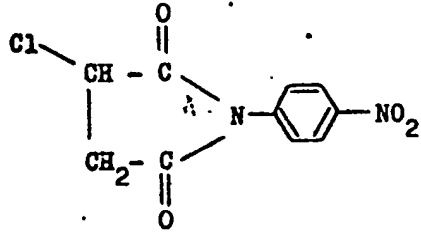
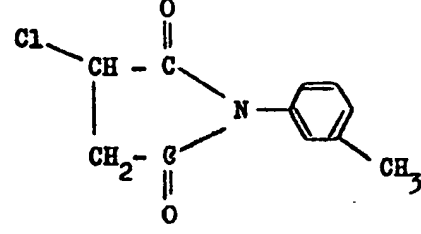
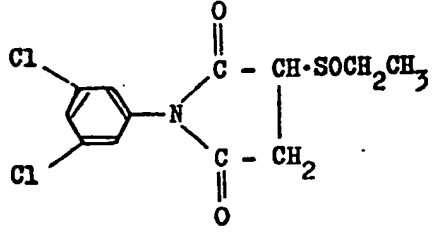
4	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	33.8
5	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	30.3
6	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	35.1
	unbehandelt	-	34.5

Tabelle V

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Zahl der Flecken pro Blatt
1		500	1.4
	109840/1796	-	38.8

Versuch 2

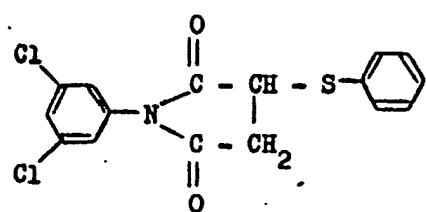
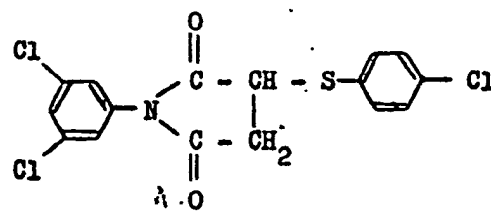
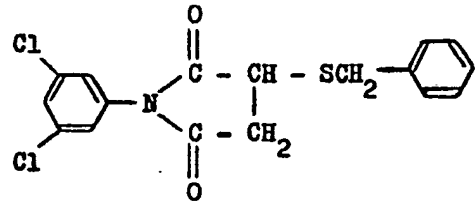
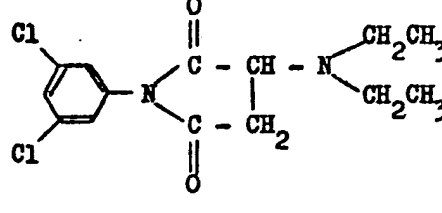
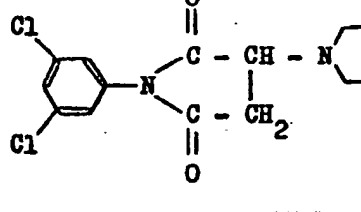
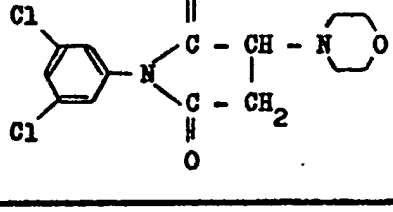
Die Testverbindungen in Form von Stäubemitteln werden auf Reispflanzen aufgebracht, die in Blumentöpfen mit einem Durchmesser von 9 cm bis zum 4-blättrigen Stadium gezogen wurden. Mit Hilfe eines Zerstäubers wird jeder Blumentopf mit 100 mg Stäubemittel versetzt. Nach einem Tag werden die Pflanzen mit einer Sporensuspension von *Cochliobolus miyabeanus* infiziert. 3 Tage später wird die Zahl der Flecken gezählt. Die Ergebnisse sind in den nachstehenden Tabellen zusammengestellt. Es ist ersichtlich, dass die Verbindungen der Erfindung eine stärkere fungicide Aktivität besitzen als bekannte Verbindungen analoger Konstitution.

Tabelle VI

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Zahl der Flecken pro Blatt
1	<chem>Clc1cc(N(C(=O)CCSCC)C(=O)C)cc(Cl)c1</chem>	500	3
2	<chem>Clc1cc(N(C(=O)CCSCCC)C(=O)C)cc(Cl)c1</chem>	500	0

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

3		500	0
4		500	6
5		500	8
6		500	19
7		500	26
8		500	25

475

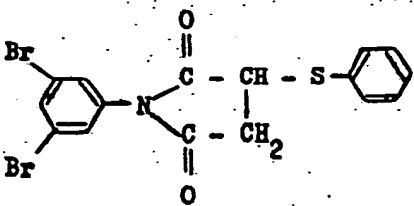
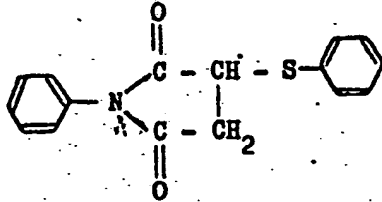
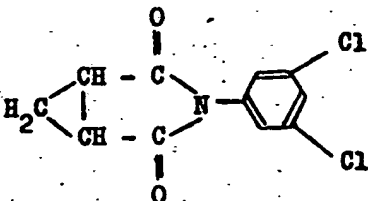
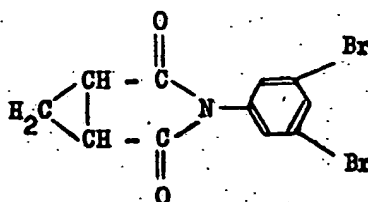
9		500	0
10	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	48
	unbehandelt	-	76

Tabelle VII

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, TpM	Zahl der Flecken pro Blatt
1		100	0.8
2		100	1.2

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

3		100	1.0
4		100	0
5		100	1.9
6		100	3.4
7		100	3.8
8	<p>Vergleichsverbindung</p>	100	50.1
	unbehandelt	-	52.3

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle VIII

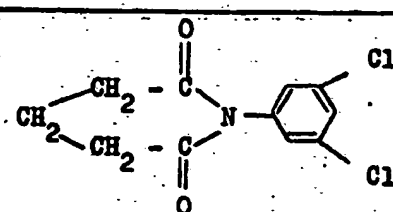
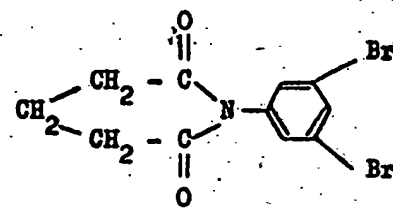
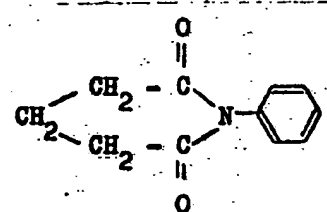
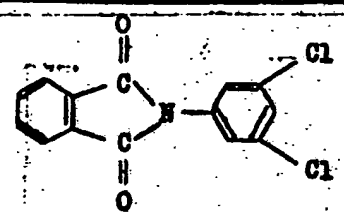
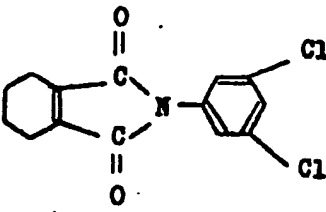
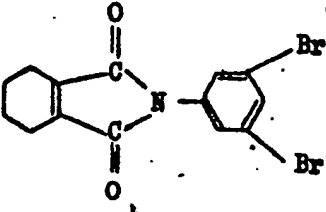
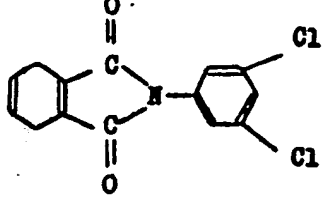
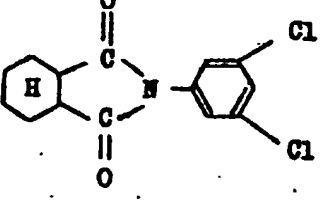
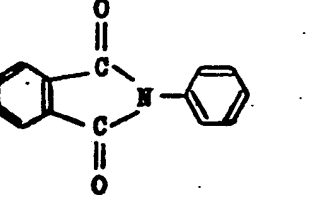
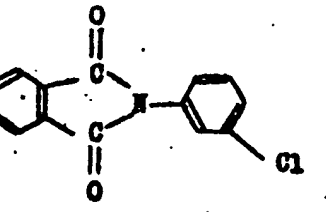
Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Zahl der Flecken pro Blatt
1		2	0
2		2	4.2
3	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2	55.3
	unbehandelt	-	52.9

Tabelle IX

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Zahl der Flecken pro Blatt
1		2	7.1

109840/1798

ORIGINAL INSPECTED

2		2	5.6
3		2	9.2
4		2	8.5
5		2	4.3
6	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2	78.1
7	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2	59.8

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

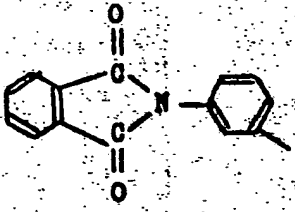
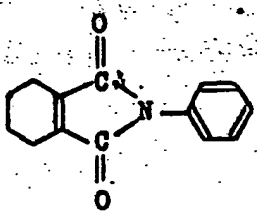
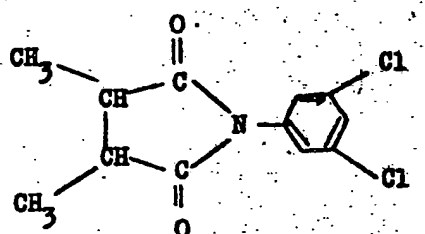
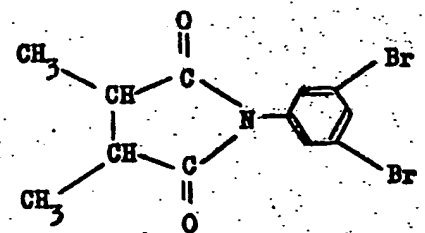
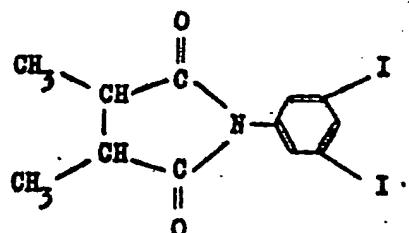
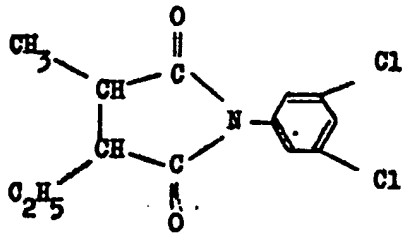
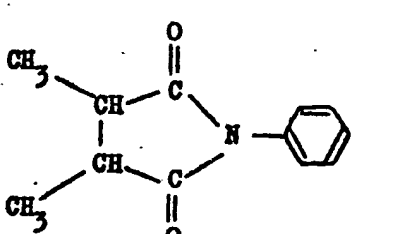
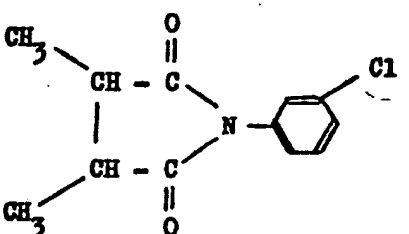
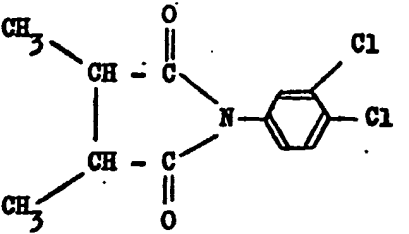
8	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2	73.2
9	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2	70.4
	unbehandelt	-	76.9

Tabelle X

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Zahl der Flecken pro Blatt
1		2.0	0
2		2.0	0.9

109840/1796

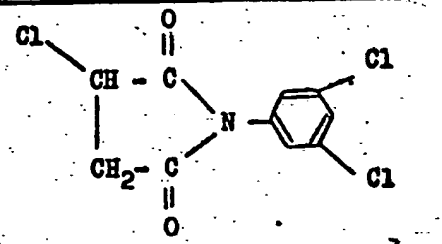
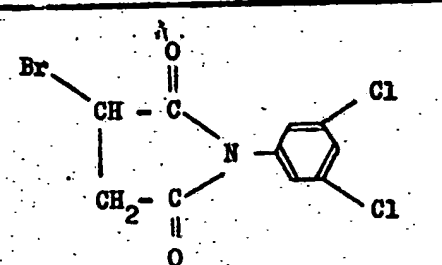
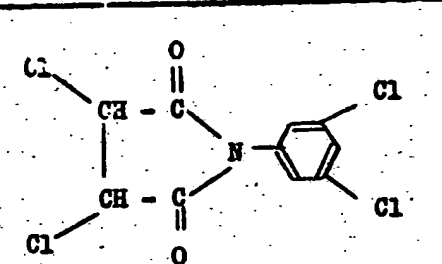
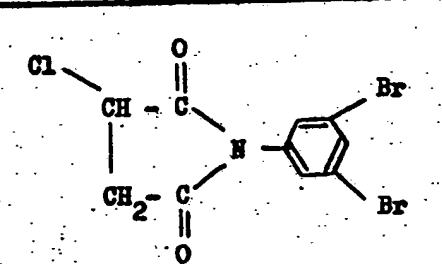
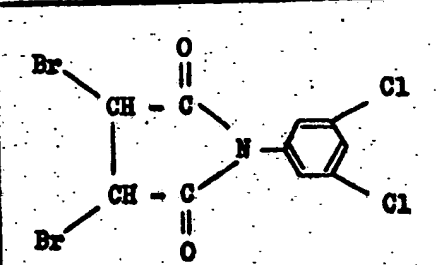
ORIGINAL INSPECTED

3		2.0	1.8
4		2.0	0.3
5	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2.0	68.4
6	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2.0	56.2
7	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2.0	60.1
	Unbehandelt	-	67.3

109840/1796

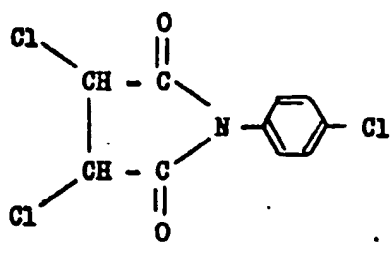
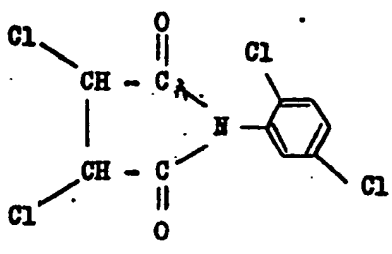
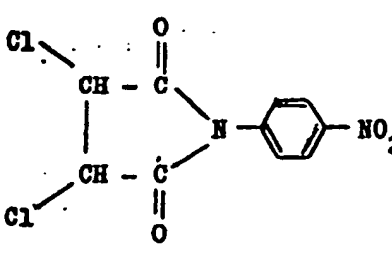
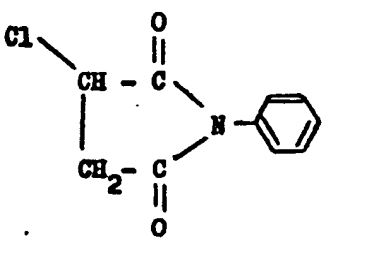
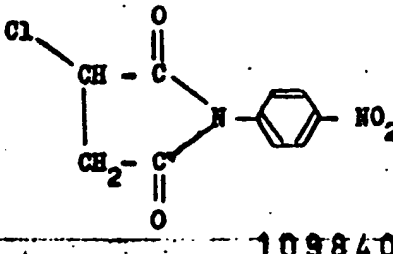
ORIGINAL INSPECTED

- 25 -
Tabelle XI

Nr.	Testverbindung	Wirk- stoff- konzen- tration, TgM	Zahl der Flecken pro Blatt
1		2.0	0
2		2.0	0.8
3		2.0	2.4
4		2.0	1.1
5		2.0	1.9

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

6	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2.0	60.9
7	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2.0	54.6
8	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2.0	53.2
9	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2.0	70.7
10	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2.0	58.1

109840/1795

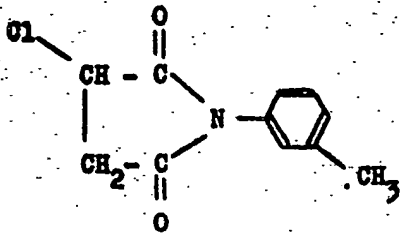
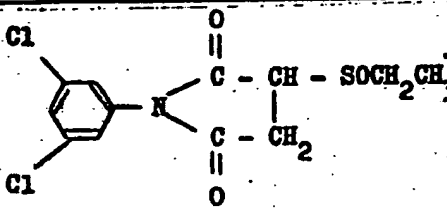
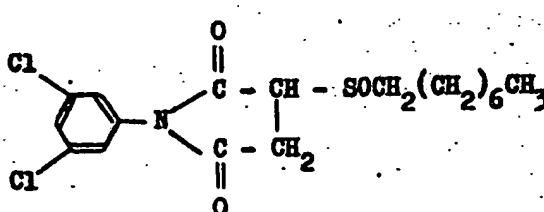
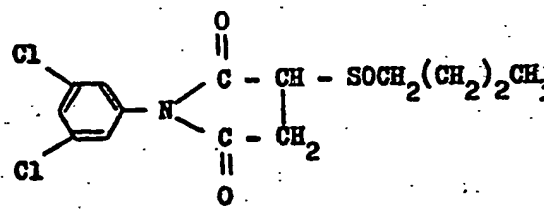
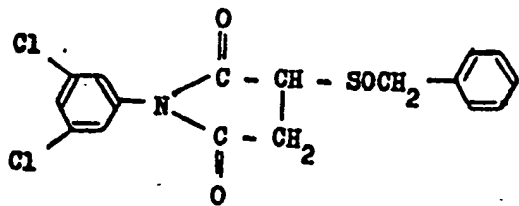
11	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2.0	63.2
	unbehandelt	-	69.4

Tabelle XII

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Zahl der Flecken pro Blatt
1		2.0	0
2		2.0	3.5
3		2.0	1.8

4		2.0	0.3
	unbehandelt	-	66.7

Versuch 3

Die Testverbindungen in Form von emulgierbaren Konzentraten werden mit Wasser verdünnt und auf Reispflanzen aufgebracht. Die Reispflanzen wurden in Blumentöpfen mit einem Durchmesser von 9 cm bis zu einer Höhe von 50 bis 60 cm gezogen. Jeder Topf wird mit 10 ml des verdünnten Präparates versetzt. Nach 3 Stunden wird auf die Blattscheiden ein Mycel-Scheibeninoculum von *Pellicularia sasakii* aufgebracht. 5 Tage später wird der Zustand der Blattscheiden untersucht. Die Schädigung wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$\text{Schädigung (\%)} = \frac{\sum (\text{Infektionsindex} \times \text{Anzahl der Stengel})}{\text{Gesamtzahl der Stengel} \times 3} \times 100$$

Der Infektionsindex wird nach folgender Bewertungsskala bestimmt:

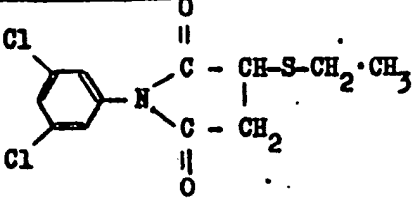
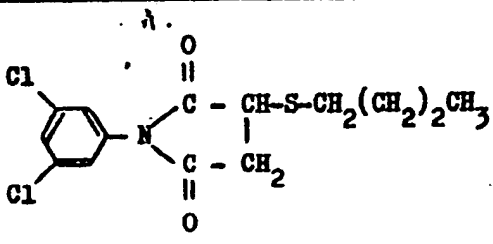
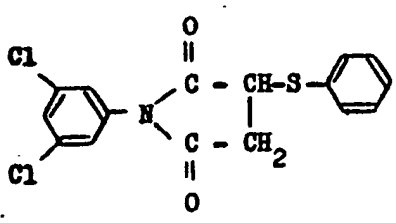
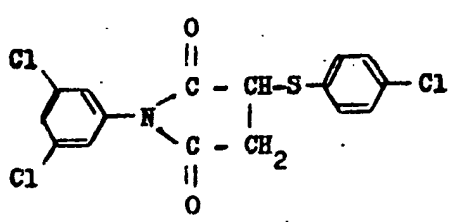
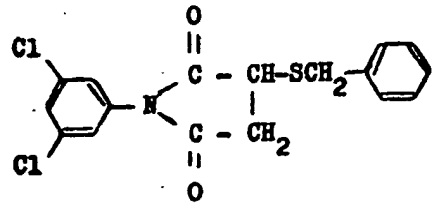
Infektionsindex

Zustand der Blattscheiden

0	keine infektiösen Flecken
1	infektiöse, fleckenähnliche Schatten
2	infektiöse Flecken unter 3 cm Grösse
3	infektiöse Flecken über 3 cm Grösse.

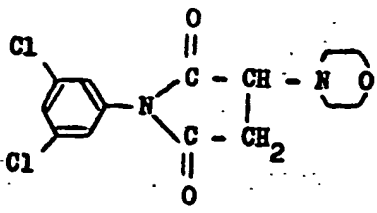
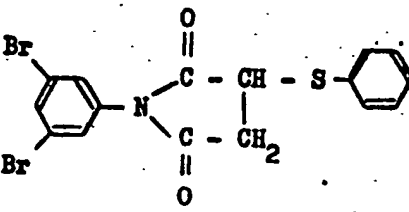
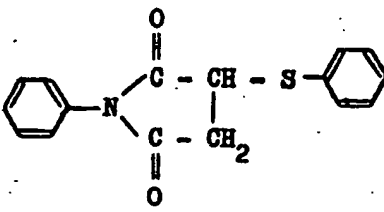
Die Ergebnisse sind in den nachstehenden Tabellen zusammengestellt. Es ist ersichtlich, dass die Verbindungen der Erfindung eine höhere fungicide Aktivität besitzen als die bekannten Verbindungen analoger Konstitution.

Tabelle XIII

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Schädigung, %
1		200	2.7
2		200	0
3		200	0
4		200	1.8
5		200	3.9

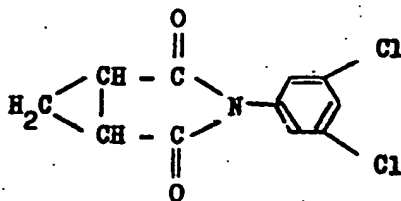
109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

6		200	18.9
7		200	0
8	<p>Vergleichsverbindung</p> 	200	86.9
9	TUZ *	200	3.6
	unbehandelt	-	100

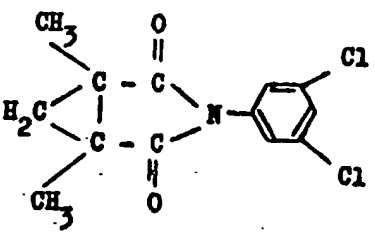
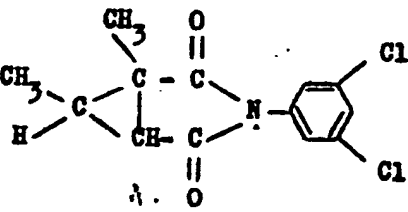
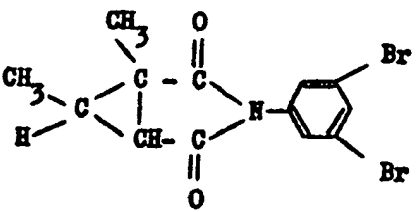
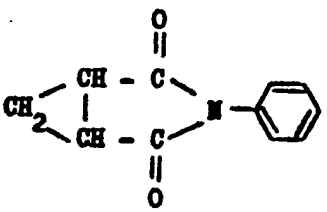
* TUZ: Gemisch aus 40 Gew.-% Tetramethylthiuramdisulfid,
 20 Gew.-% Methylarsin-bis-(dimethyldithiocarbamat)
 und 20 Gew.-% Zink-dimethyldithiocarbamat.

Tabelle XIV

Nr.	Testverbindung	Wirkstoff- konzentration, Tpm	Schädi- gung, %
1		200	8.9

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

2		200	5.2
3		200	0
4		200	13.4
5	<p><u>Vergleichsverbindung</u></p> 	200	100
6	TUZ	200	4.7
-	unbehandelt	-	100

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle XV

Nr.	Testverbindung	Wirkstoff- konzentration, Tpm	Schädi- gung, %
1		1,000	14.5
2	<p>Vergleichsverbindung</p>	1,000	100
-	unbehandelt	-	100

Tabelle XVI

Nr.	Testverbindung	Wirkstoff- konzentration, Tpm	Schädi- gung, %
1		200	0.8
2		200	0

109840/1786

ORIGINAL INSPECTED

3		200	2.8
4	<p>Vergleichsverbindung</p>	200	100
5	<p>Vergleichsverbindung</p>	200	100
6	TUZ	200	4.3
-	unbehandelt	-	100

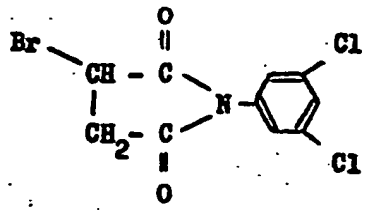
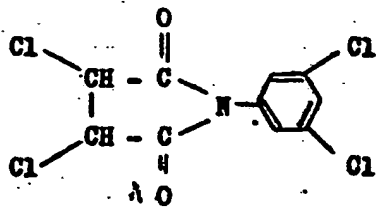
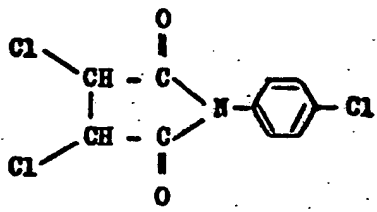
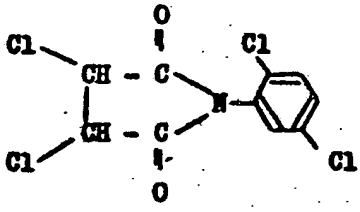
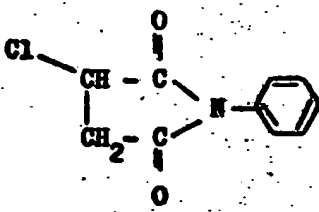
Tabelle XVII

Nr.	Testverbindung	Wirkstoff- konzentration, TDM	Schädi- gung, %
1		500	0

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

517

2		500	3.6
3		500	4.5
4	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	100
5	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	100
6	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	100

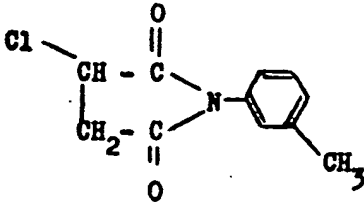
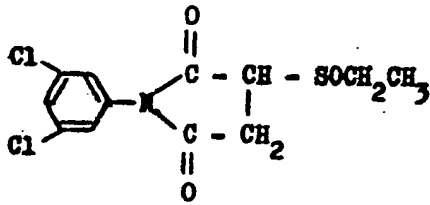
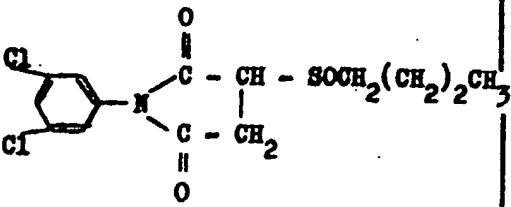
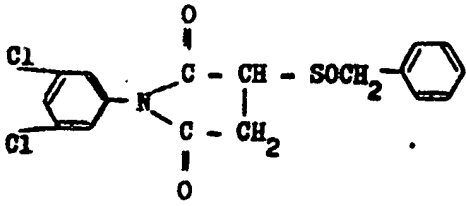
7	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	100
8	TUZ	500	3.7
5	unbehandelt	-	100

Tabelle XVIII

Nr.	Testverbindung	Wirkstoff- konzentration, μ M	Schädi- gung, %
1		500	0
2		500	3.6
3		500	0.4
4	TUZ	500	3.8
-	unbehandelt	-	100

109840/1796

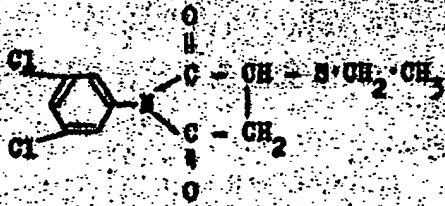
Versuch 4

Ackererde wird in Blumentöpfe mit einem Durchmesser von 9 cm eingefüllt. Auf die Oberfläche der Blumentöpfe werden 10 ml einer mit *Pellicularia filamentosa* infizierten Erde verteilt. Die Testverbindungen in Form von emulgierbaren Konzentraten werden mit Wasser in bestimmter Menge verdünnt. Jeder Blumentopf wird mit 15 ml des verdünnten Präparates versetzt. Nach 2 Stunden werden 10 Gurkensamen in jedem Blumentopf ausgesät. 5 Tage später wird der Zustand der aufgelaufenen Sämlinge beobachtet und der prozentuale Bestand nach folgender Gleichung berechnet:

$$\text{Bestand (\%)} = \frac{\text{Zahl der gesunden Sämlinge bei den behandelten Proben}}{\text{Zahl der gekeimten Sämlinge in den unbehandelten und nicht infizierten Proben}} \times 100$$

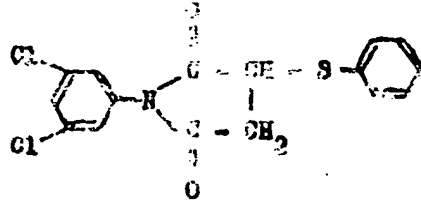
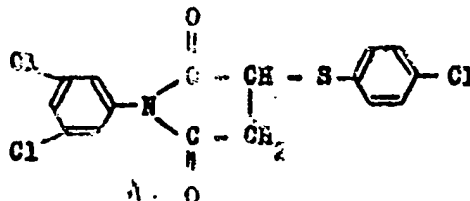
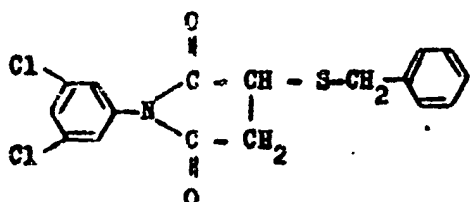
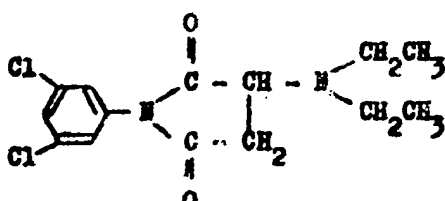
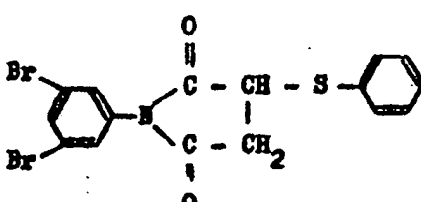
Die Ergebnisse sind in den nachstehenden Tabellen zusammengestellt. Die Verbindungen der Erfindung sind stärkere Bodendisinfectionsmittel als die bekannten Verbindungen analoger Konstitution.

Tabelle XIX

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, ppm	Bestand, %
1		500	98.0

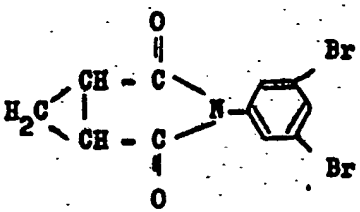
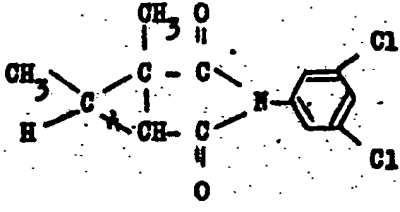
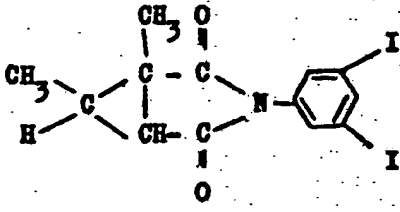
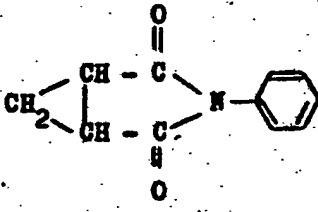
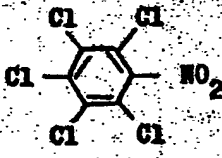
108840/1799

ORIGINAL INSPECTED

2		500	100
3		500	97.6
4		500	83.4
5		500	78.8
6		500	91.0
-	infiziert und unbehandelt	-	0
-	nicht infiziert und unbehandelt	-	100

109840/1786

ORIGINAL INSPECTED

Nr.	Testverbindung	Wirkstoff- konzentration, %	
		TpM	Bestand, %
1		1,000	93.8
2		1,000	100.0
3		1,000	90.1
4	Vergleichsverbindung 	1,000	0
5	Vergleichsverbindung 	1,000	93.7
-	infiziert und unbehandelt	-	0
-	nicht infiziert und unbehandelt	-	100.0

* als Bodensterilisationsmittel verwendet

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

- 40 -
Tabelle XXI

Nr.	Testverbindung	Wirkstoff- konzentra- tion, Tpm	Bestand %
1		500	92.5
2		500	88.7
3	<p>Vergleichsverbindung</p>	500	0
4	<p>Vergleichsverbindung</p>	500	90.4
-	infiziert und unbehandelt	-	0
-	nicht infiziert und unbehandelt	-	100

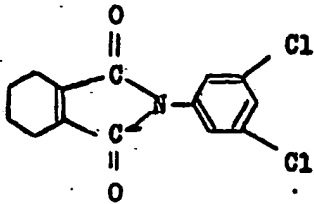
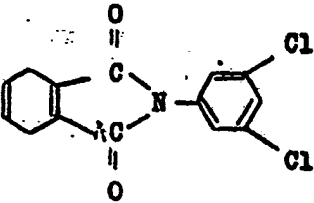
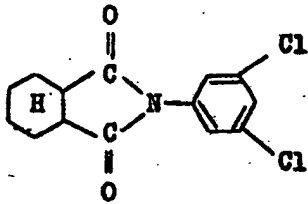
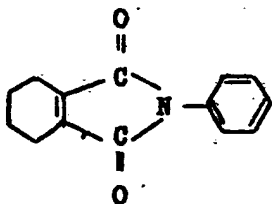
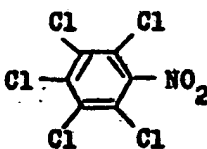
* als Bodensterilisationsmittel verwendet

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

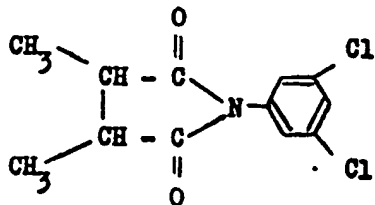
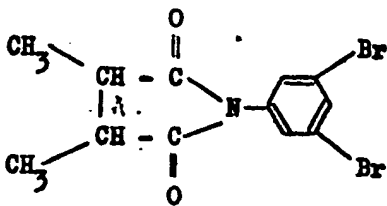
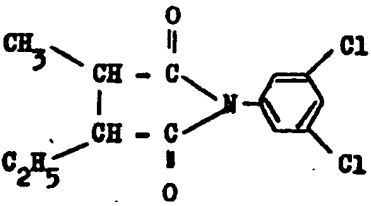
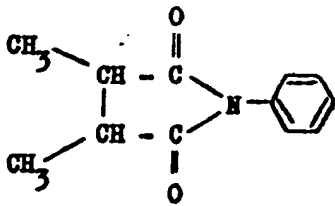
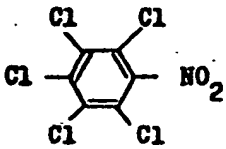
41
Tabelle XXII

- 2012656

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Bestand, %
1		500	87.8
2		500	87.3
3		500	90.2
4	Vergleichsverbindung 	500	0
5	Vergleichsverbindung 	500	86.4
-	infiziert und unbehandelt	-	0
-	nicht infiziert und unbehandelt	-	100

10984071786

ORIGINAL INSPECTED

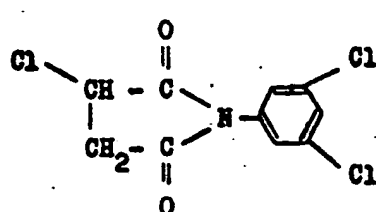
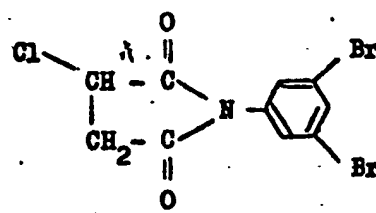
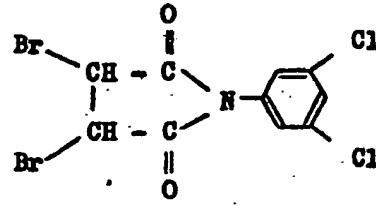
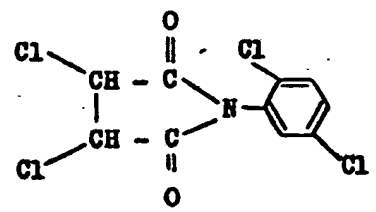
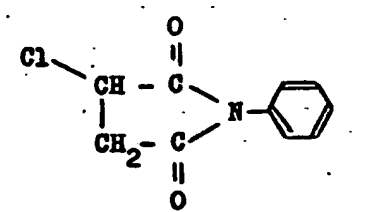
Nr.	Testverbindung	Wirkstoff- konzentra- tion, Tpm	Bestand, %
1		500	100
2		500	97.3
3		500	98.4
4	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	0
5	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	88.6
-	infiziert und unbehandelt	-	0
-	nicht infiziert und unbehandelt	-	100

109840/1798

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle XXIV

- 43 -

Nr.	Testverbindung	Wirkstoff- konzentra- tion, Tpm	Bestand, %
1		500	98.5
2		500	74.3
3		500	91.2
4	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	5.6
5	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	0.8

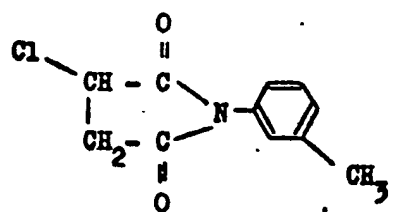
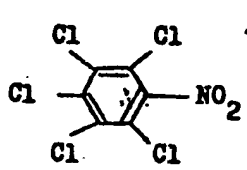
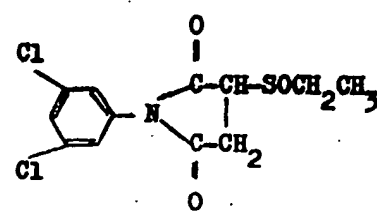
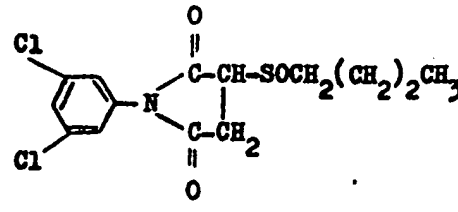
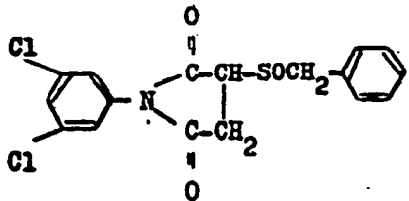
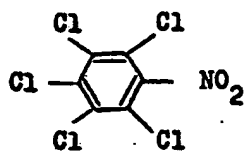
6	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	0
7	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	96.6
-	infiziert und unbehandelt	-	0
-	nicht infiziert und unbehandelt	-	100

Tabelle XXV

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Bestand, %
1		500	92.4
2		500	87.3

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

3		500	98.6
4	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	94.3
-	Infiziert und unbehandelt	-	0
-	nicht infiziert und unbehandelt	-	100

Versuch 5

Die Testverbindungen in Form von benetzbaren Pulvern werden mit Wasser in bestimmter Menge verdünnt und auf Kürbissämlinge aufgebracht, die in Blumentöpfen mit einem Durchmesser von 12 cm bis zum 3- bis 4-blättrigen Stadium gezogen wurden. Jeder Blumentopf wurde mit 7 ml des verdünnten Präparates versetzt. Nach einem Tag werden die Sämlinge mit einer Sporensuspension von *Sphaerotheca fulginea* infiziert. 10 Tage später wird das Aussehen der oberen 4 Blätter der Sämlinge beobachtet und die Schädigung nach folgender Gleichung berechnet:

$$\text{Schädigung (\%)} = \frac{\sum (\text{Infektionsindex} \times \text{Zahl der Blätter})}{\text{Gesamtzahl der Blätter} \times 5} \times 100$$

Der Infektionsindex wird nach folgender Bewertungsskala bestimmt:

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

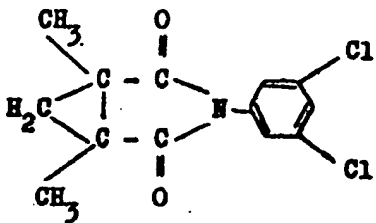
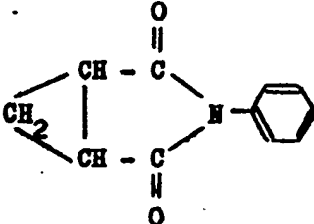
Infektionsindex

Grösse der infizierten Blattfläche

0	0
1	klein
3	mittel
5	gross

Die Ergebnisse sind in den nachstehenden Tabellen zusammengestellt. Die Verbindungen der Erfindung haben eine stärkere fungicide Aktivität gegenüber Mehltau als die Verbindungen analoger Konstitution.

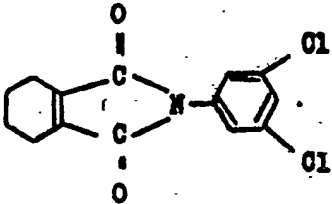
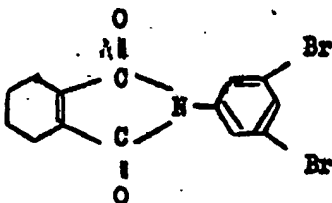
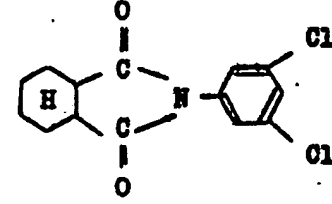
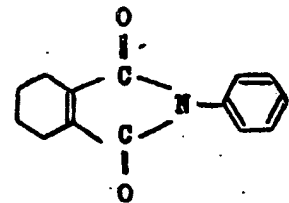
Tabelle XXVI

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Schädigung, %
1		1,000	9.1
2		1,000	41.7
-	unbehandelt	-	52.9

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle XXVII

Nr.	Testverbindung	Wirkstoff- konzentra- tion. Tpm	Schädi- gung, %
1		500	2.3
2		500	6.7
3		500	14.6
4	<p>Vergleichsverbindung</p> 	500	45.8
-	unbehandelt	-	42.3

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle XXVIII

- 48 -

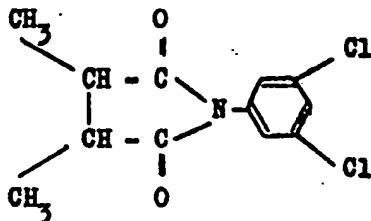
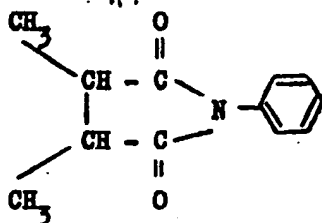
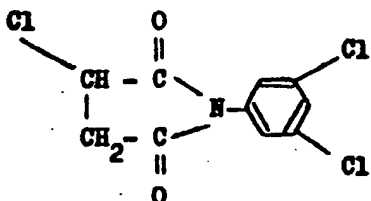
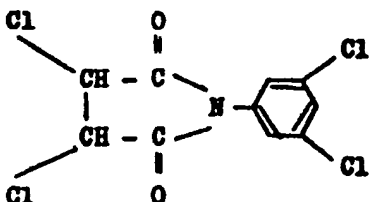
Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Schädigung, %
1		1,000	2.3
2	<p>Vergleichsverbindung</p> 	1,000	48.2
-	unbehandelt	-	56.3

Tabelle XXIX

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Schädigung, %
1		1,000	0.8
2		1,000	2.3

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

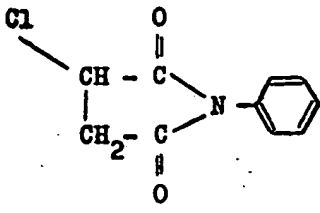
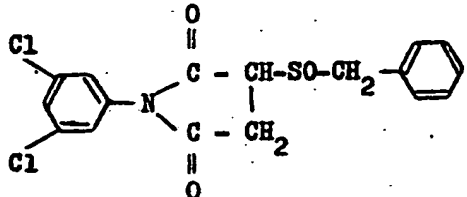
3	<p>Vergleichsverbindung</p> 	1,000	40.2
-	unbehandelt	-	43.3

Tabelle XXX

Nr.	Testverbindung	Wirkstoffkonzentration, Tpm	Schädigung, %
1		1,000	6.3
-	unbehandelt	-	58.4

Versuch 6

Nach der Reihenverdünnungsmethode wurde die Mindesthemmkonzentration von Verbindungen der Erfindung gegenüber pflanzenpathogenen Pilzen bestimmt. Typische Versuchsergebnisse mit N-(3',5'-Dichlorphenyl)-cyclopropandicarboximid sind in Tabelle XXXI angegeben.

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

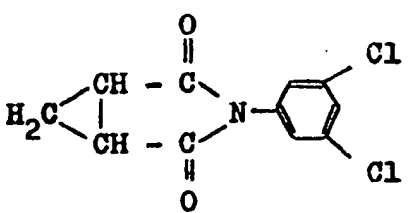
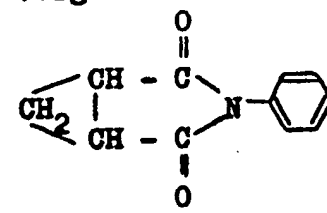
Tabelle XXXI

Testorganismus	Mindesthemmkonzentration, TpM
<i>Piricularia oryzae</i>	200
<i>Pellicularia filamentosa</i>	40
<i>Botrytis cinerea</i>	8
<i>Sclerotinia sclerotiorum</i>	40
<i>Alternaria kikuchiana</i>	40
<i>Alternaria mali</i> A.	40
<i>Glomerella cingulata</i>	200

Versuch 7

Gemäss Versuch 6 wird die wachstumshemmende Wirkung von N-(3',5'-Dichlorphenyl)-cyclopropandicarboximid gegenüber *Aspergillus niger* ATCC 9642 bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 32 wiedergegeben.

Tabelle XXXII

Nr.	Testverbindung	Mindesthemmkonzentration, TpM
1		2,000
2	<p>Vergleichsverbindung</p> 	2,000 <

Ann.: "2000 <" bedeutet keine Aktivität bei 2000 TpM

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Versuch 8

Nach der Reihenverdünnungsmethode wird die wachstumshemmende Wirkung von N-(3,5-Dichlorphenyl)-glutarimid gegenüber verschiedenen pflanzenpathogenen Pilzen bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle XXXIII wiedergegeben.

Tabelle XXXIII

Testorganismus	Mindesthemmkonzentration, T _{PM}
<i>Cochliobolus miyabeanus</i>	200
<i>Pellicularia filamentosa</i>	200
<i>Botrytis cinerea</i>	40
<i>Sclerotinia sclerotiorum</i>	40
<i>Alternaria kikuchiana</i>	200
<i>Alternaria mali</i>	200

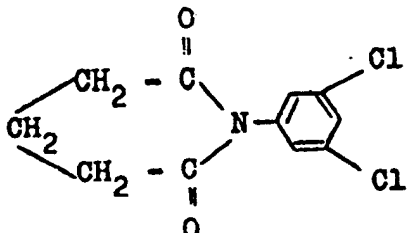
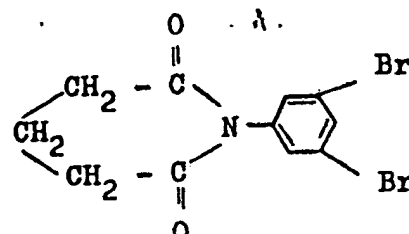
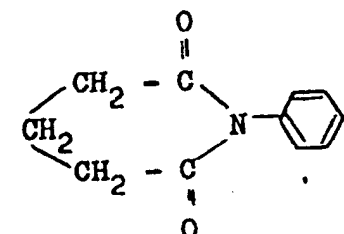
Versuch 9

Nach der Reihenverdünnungsmethode wird die wachstumshemmende Wirkung von N-(3,5-Dichlorphenyl)-glutarimid gegenüber *Aspergillus niger* ATCC 9642 bestimmt. Die Ergebnisse sind in der nachstehenden Tabelle wiedergegeben.

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle XXXIV

Testverbindung	Mindesthemmkonzentration, Tpm
	5,000
	5,000
<p>Vergleichsverbindung</p> 	5,000 <

Anm.: "5000 <" bedeutet keine Aktivität bei 5000 Tpm.

Versuch 10

Nach der Reihenverdünnungsmethode wird die wachstumshemmende Wirkung von N-(3,5-Dichlorphenyl)- α -succinimid gegenüber verschiedenen pflanzenpathogenen Pilzen bestimmt. Die Ergebnisse sind in der nachstehenden Tabelle wiedergegeben.

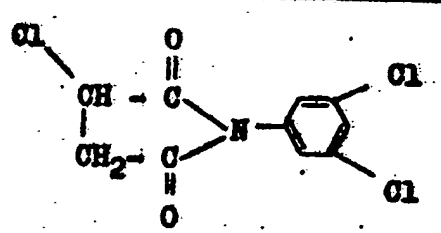
Tabelle XXV

Testorganismus	Mindesthemmkonzentration, T _{PM}
<i>Piricularia oryzae</i>	200
<i>Pellicularia filamentosa</i>	200
<i>Corticium rolfsii</i>	200
<i>Botrytis cinerea</i>	200
<i>Sclerotinia sclerotiorum</i>	200
<i>Glomerella cingulata</i>	200

Versuch 11

Nach der Reihenverdünnungsmethode wird die wachstumshemmende Wirkung von N-(3,5-Dichlorphenyl)-α-chlorsuccinimid gegenüber *Aspergillus niger* bestimmt. Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle wiedergegeben.

Tabelle XXVI

Testverbindung	Mindesthemmkonzentration, T _{PM}
	1,000

109840/1788

ORIGINAL INSPECTED

Versuch 12

Nach der Reihenverdünnungsmethode wird die wachstumshemmende Wirkung von N-(3,5-Dichlorphenyl)-äthylsulfinylsuccinimid (A) und von N-(3,5-Dichlorphenyl)-n-butylsulfinylsuccinimid (B) gegenüber verschiedenen pflanzenpathogenen Bakterien und Pilzen untersucht. Die Ergebnisse sind in der nachstehenden Tabelle wiedergegeben.

Tabelle XXVII

Testorganismus	Mindesthemmkonzentration, T _p M	
	A	B
<i>Piricularia oryzae</i>	200	200
<i>Xanthomonas oryzae</i>	200	200 <
<i>Pellicularia filamentosa</i>	200	200
<i>Pythium aphanidermatum</i>	200	200 <
<i>Botrytis cinerea</i>	200	40
<i>Sclerotinia sclerotiorum</i>	200	200
<i>Alternaria kikuchiana</i>	200	40
<i>Glomerella cingulata</i>	200	40
<i>Cochliobolus miyabeanus</i>	200	200
<i>Helminthosporium sigmoideum</i>	200	
<i>Fusarium pisi</i>	200	
<i>Xanthomonas pruni</i>	200	200 <
<i>Xanthomonas citri</i>	200	200
<i>Erwinia aroldae</i>	200	200 <

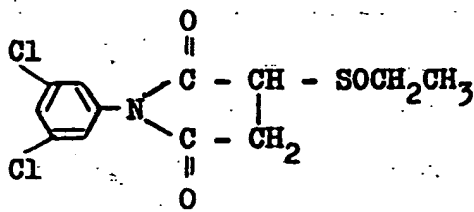
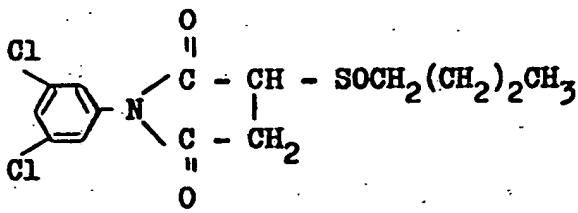
109840/1798

ORIGINAL INSPECTED

Versuch 13

Nach der Reihenverdünnungsmethode wird die wachstumshemmende Wirkung von N-(3,5-Dichlorphenyl)-äthylsulfinylsuccinimid und N-(3,5-Dichlorphenyl)-n-butylsulfinylsuccinimid gegenüber *Aspergillus niger* ATCC 9642 bestimmt. Die Ergebnisse sind in der nachstehenden Tabelle wiedergegeben.

Tabelle XXXVIII

Testverbindung	Mindesthemmkonzentration, Tpm
	200
	200

Aus dem Vorstehenden ist ersichtlich, dass die Verbindungen der Erfindung wegen ihrer mikrobiciden Aktivität besonders für landwirtschaftliche, industrielle und pharmazeutische Zwecke eingesetzt werden können. In der Landwirtschaft können sie zur Verhinderung oder Bekämpfung von Pflanzenkrankheiten durch pflanzenpathogene Pilze und Bakterien eingesetzt werden. In der Industrie können sie zur Verhinderung oder Bekämpfung des Verrottens von industriellen Produkten verwendet werden.

Für die vorgenannten Zwecke können die Verbindungen der Erfindung entweder als solche oder zusammen mit einem geeigneten Träger

109840/1796

gerstoff, z.B. in Form von Stäubemitteln, benetzbaren Pulvern, Ölspritzmitteln, Aerosolen, Tabletten, emulgierbaren Konzentrat-
 ten, Plätzchen, Granulaten oder salbenartigen Pulvern verwen-
 det werden. Die mikrobiciden Mittel können ausser den Verbindun-
 gen der Erfindung auch noch eines oder mehrere bekannte Fungi-
 cide, Insekticide und Herbizide enthalten, wie z.B. Blasticidin
 S, Kasugamycin, Polyoxyn, Cellocidin, Chloramphenicol, O,O-Di-
 äthyl-S-benzylthiophosphat, O-Äthyl-S,S-diphenyldithiophosphat,
 O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylthiophosphat, O,O-Diisopropyl-S-
 benzylthiophosphat, O-Äthyl-S-benzylphenylthiophosphonat, Penta-
 chlorbenzaloxim, Pentachlorbenzylalkohol, Pentachlormandelsäure-
 nitril, Pentachlorphenylacetat, Eisenmethylarsonat, Eisen(III)-
 ammoniummethylarsonat, γ -1,2,3,4,5,6-Hexachlorcyclohexan,
 1,1,1-Trichlor-2,2-bis-(p-chlorphenyl)-äthan, O,O-Dimethyl-O-
 (p-nitrophenyl)-thionophosphat, S-[1,2-Bis-(äthoxycarbonyl)-
 äthyl]-O,O-dimethylthionothiophosphat, O-Äthyl-O-p-nitrophenyl-
 phenylthionophosphonat, α -Naphthyl-N-methylcarbammat, O,O-Di-
 methyl-O-(p-nitro-m-methylphenyl)-thionophosphat, das 3,4,5,6-
 Tetrahydrophthalimid des Chrysanthemumdicarbonsäuremonomethyl-
 esters, 3,4-Dimethylphenyl-N-methylcarbammat, O,O-Diäthyl-O-(2-
 isopropyl-6-methyl-4-pyrimidyl)-thiophosphat, O,O-Dimethyl-2,2-
 dichlorvinylphosphat, 1,1-Bis-(p-chlorphenyl)-2,2,2-trichlor-
 äthanol, 1,2-Dibromäthan, 1,2-Dibrom-3-chlorpropan, Zink-Äthylen-
 bis-(dithiocarbamat), Mangan-Äthylen-bis-(dithiocarbamat),
 2,3-Dichlor-1,4-naphthochinon, N-(Trichlormethylthio)-4-cyclo-
 hexen-1,2-dicarboximid, N-(1,1,2,2-Tetrachloräthylthio)-4-cyclo-
 hexen-1,2-dicarboximid, das cyclische Carbonat von 6-Methyl-2,3-
 chinoxalindithiol, Tetrachlorisophthalonitril, Natrium-p-di-
 methylaminobenzol-diazosulfonat, 2,4-Dichlor-6-(2-chloranilino)-

108840/1798

s-triazin, 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure, 4-Chlor-2-methylphenoxyessigsäure, 3,4-Dichlorpropionanilid, 2,4-Dichlorphenyl-4'-nitrophenyläther, 2-Chlor-4,6-bis-(äthylamino)-s-triazin und Natrium-N-(1-naphthyl)-phthalamat. Die microbiciden Mittel können auch noch eine oder mehrere Verbindungen enthalten, die als Nematicide, Acaricide, Düngemittel, Bodenbehandlungsmittel, Bodensterilisationsmittel und Pflanzenwuchsregulatoren wirken.

Nachstehend werden typische microbicide Mittel angegeben, die Wirkstoffe der Erfindung enthalten.

(a) Stäubemittel, die durch Dispergieren mindestens einer Verbindung der allgemeinen Formel I als Wirkstoff in einer Menge von 0,1 bis 50 Gew.-%, in einem inerten Trägerstoff, wie Talcum, Diatomeenerde, Sägemehl oder Ton, erhalten werden.

(b) Benetzbare Pulver, die durch Dispergieren mindestens einer Verbindung der allgemeinen Formel I als Wirkstoff in einer Menge von 0,1 bis 95 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 80 Gew.-%, in einem inerten adsorbierenden Trägerstoff, wie Diatomeenerde, zusammen mit einem Netzmittel und bzw. oder Dispergiermittel, z.B. einem Alkalimetallsalz eines langkettigen aliphatischen Sulfats, eines teilweise neutralisierten Schwefelsäurederivats entweder eines Erdöls oder eines natürlich vorkommenden Glycerids oder eines Kondensationsproduktes eines Alkylenoxids mit einer organischen Säure erhalten werden.

(c) Emulgierbare Konzentrate, die durch Dispergieren mindestens einer Verbindung der allgemeinen Formel I als Wirkstoff in einer Menge von 0,1 bis 50 Gew.-% in einem organischen Lösungsmittel, wie Dimethylsulfoxid, sowie einem Emulgator, sowie einem Alkali-

109840/1798

ORIGINAL INSPECTED

metallsalz eines langkettigen aliphatischen Sulfats, einem teilweise neutralisierten Schwefelsäurederivat eines Erdöls oder eines natürlich vorkommenden Glycerins oder einem Kondensationsprodukt eines Alkylendioxyds mit einer organischen Säure erhalten werden.

(d) Verbindungen der allgemeinen Formel I enthaltende Präparate, die in üblicher Weise zur Herstellung von microbiciden Granulaten, Stäubemitteln und Aerosolen verarbeitet werden.

Die Beispiele erläutern die Erfindung. Teile und Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht. Die Beispiele 1 bis 59 betreffen die Herstellung von Verbindungen der Erfindung.

Beispiele 1 bis 13

Standardverfahren zur Herstellung der Verbindungen der Erfindung.

Ein Gemisch aus 0,1 Mol N-(3,5-Dihalogenphenyl)-bernsteinsäuremonoamid, 50 ml Essigsäureanhydrid und 1 g wasserfreies Natriumacetat wird in einem 100 ml fassenden Vierhalskolben 1 Stunde auf 100°C erhitzt und gerührt. Danach werden die Essigsäure und das Essigsäureanhydrid unter vermindertem Druck abdestilliert, und der Rückstand wird mit Wasser gewaschen und getrocknet.

Man erhält das entsprechende N-(3,5-Dihalogenphenyl)-succinimid in guter Ausbeute. Zur Reinigung kann das Produkt aus Äthanol umkristallisiert werden.

Das verfahrensgemäss eingesetzte Bernsteinsäuremonoamid lässt sich durch Acylierung des entsprechenden Anilins mit dem entsprechenden Bernsteinsäureanhydrid herstellen. Typische Bei-

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

spiele für verwendbare Bernsteinsäureanhydride und Aniline sind nachstehend angegeben:

Bernsteinsäureanhydride:

2-Methylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-Äthylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-n-Propylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-Isopropylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-n-Butylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-n-Isobutylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-sek.-Butylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-tert.-Butylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-n-Amylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-Isoamylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-tert.-Amylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-Hexylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-Heptylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-Octylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-Nonylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-Decylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-Phenylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-(o-Chlorphenylthio)-bernsteinsäureanhydrid,
2-(m-Chlorphenylthio)-bernsteinsäureanhydrid,
2-(p-Chlorphenylthio)-bernsteinsäureanhydrid,
2-(o-Methylphenylthio)-bernsteinsäureanhydrid,
2-(m-Methylphenylthio)-bernsteinsäureanhydrid,
2-(p-Methylphenylthio)-bernsteinsäureanhydrid,
2-(p-Nitrophenylthio)-bernsteinsäureanhydrid,
2-Benzylthiobernsteinsäureanhydrid,
2-Dimethylaminobernsteinsäureanhydrid,
2-(Di-n-propylamino)-bernsteinsäureanhydrid,
2-(Di-isopropylamino)-bernsteinsäureanhydrid,
2-(Di-n-butylamino)-bernsteinsäureanhydrid,
2-(Di-isobutylamino)-bernsteinsäureanhydrid,
2-(Di-n-amylamino)-bernsteinsäureanhydrid,
2-(Di-isoamylamino)-bernsteinsäureanhydrid,
2-Dihexylaminobernsteinsäureanhydrid,
2-Pyrrolidinobernsteinsäureanhydrid,

109840/1798

ORIGINAL INSPECTED

2-Piperidinobbernsteinsäureanhydrid,

2-Morpholinobbernsteinsäureanhydrid,

Aniline:

3,5-Difluoranilin,

3,5-Dichloranilin,

3,5-Dibromanilin,

3,5-Dijodanilin,

Die Ergebnisse sind in der nachstehenden Tabelle zusammengestellt.

108840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle XXXIX

Bei- spiel Nr.	Ausgangsverbindung	P r o d u k t	
		Formel	Aus- beute % Fp. °C
1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{CH}_2\text{S}-\text{CHCOOH} \\ \\ \text{CH}_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2 \end{array}$ or $\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{CH}_2\text{S}-\text{CHCONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2 \\ \\ \text{CHCOOH} \end{array}$		95 Fp. 104 - 106
2	$\begin{array}{c} \text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{S}-\text{CHCOOH} \\ \\ \text{CH}_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2 \end{array}$ or $\begin{array}{c} \text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{S}-\text{CHCONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2 \\ \\ \text{CHCOOH} \end{array}$		93 Fp. 60 - 61.5

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

- 52 -

3	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{SCHCOOH}$ <p>or</p> $\text{CH}_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$ <p>or</p> $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{SCHCOOH}$ <p>or</p> $\text{CH}_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$
4	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{SCHCOOH}$ <p>or</p> $\text{CH}_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$ <p>or</p> $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{SCHCOOH}$ <p>or</p> $\text{CH}_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$
5	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{SCHCOOH}$ <p>or</p> $\text{CH}_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$ <p>or</p> $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{SCHCOOH}$ <p>or</p> $\text{CH}_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	$\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

- 63 -

6	<p>or</p>		91	Fp. - 145 - 147
7	<p>or</p>		94	Fp. 0.1mmHg 197 - 200
8	<p>or</p>		95	Fp. - 95 - 96.5

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

- 84 -

9			93		Fr. - 89 - 91
10			97		Fr. - 85 - 87
11			90		Fr. - 118 - 121

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

- 65 -

12	<p> </p> <p>or</p> <p> </p>	<p> </p>	95	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>	<p> </p>
----	-----------------------------	----------	----	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------

Beispiele 14 bis 20

Standardverfahrensvorschrift zur Herstellung der Verbindungen
der Erfindung

Ein Gemisch aus 0,1 Mol eines N-Phenylcyclopropandicarbonsäuremonoamids, 50 g Essigsäureanhydrid und 1 g wasserfreiem Natriumacetat wird in einen 100 ml fassenden Vierhalskolben gegeben und 30 Minuten auf 100°C erhitzt und gerührt. Danach werden die Essigsäure und das Essigsäureanhydrid unter vermindertem Druck abdestilliert, und der Rückstand wird mit Wasser gewaschen und getrocknet. Man erhält in guter Ausbeute das entsprechende N-Phenylcyclopropandicarboximid der allgemeinen Formel I. Zur Reinigung kann das Produkt aus Äthanol umkristallisiert werden.

Das verfahrensgemäss eingesetzte N-Phenylcyclopropandicarbonsäuremonoamid lässt sich durch Acylierung des entsprechenden Anilins mit dem entsprechenden Cyclopropandicarbonsäureanhydrid herstellen. Beispiele für verwandbare Cyclopropandicarbonsäureanhydride sind:

Anhydride:

- Cyclopropandicarbonsäureanhydrid,
- 1-Methylcyclopropandicarbonsäureanhydrid,
- 3-Methylcyclopropandicarbonsäureanhydrid,
- 1,2-Dimethylcyclopropandicarbonsäureanhydrid,
- 1,3-Dimethylcyclopropandicarbonsäureanhydrid,
- 3,3-Dimethylcyclopropandicarbonsäureanhydrid,
- 1,3,3-Trimethylcyclopropandicarbonsäureanhydrid,
- 1,2,3,3-Tetramethylcyclopropandicarbonsäureanhydrid,

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Die verwendbaren Aniline sind:

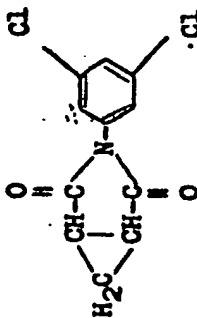
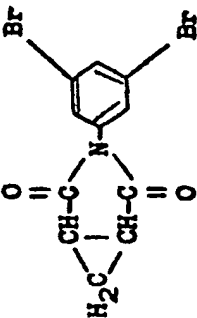
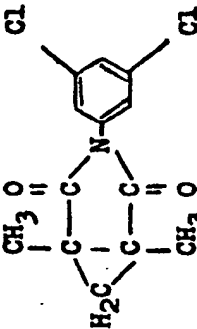
3,5-Difluoranilin,
3,5-Dichloranilin,
3,5-Dibromanilin,
3,5-Dijodanilin.

In der nachstehenden Tabelle sind die verfahrensgemäss hergestellten Verbindungen wiedergegeben.

109840/1788

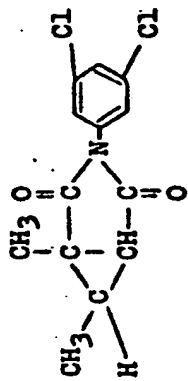
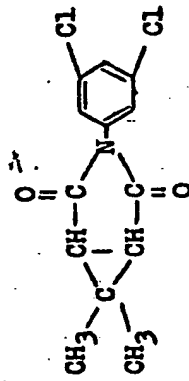
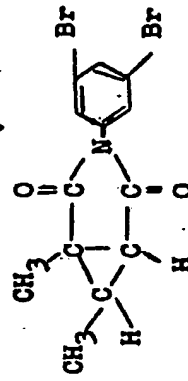
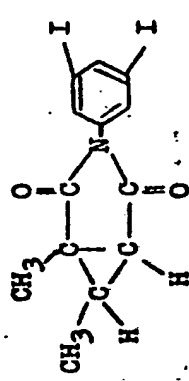
ORIGINAL INSPECTED

Tabelle XL

Bei- spiel Nr.	Ausgangsverbindung	P r o d u k t		
		Formel	Aus- beute, %	Fp., °C
14	N-(3',5'-Dichlorphenyl)- cyclopropan-dicarbon- säure-monoamid		96	130.5 - 132.0
15	N-(3',5'-Dibromphenyl)- cyclopropan-dicarbon- säure-monoamid		93	133.5 - 135.0
16	1,2-Dimethyl-N-(3',5'- dichlorphenyl)-cyclopro- pan-dicarbonensäure- monoamid		98	165.0 - 167.0

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

17	1,3- oder 2,3-Dimethyl-N-(3',5'-dichlorphenyl)-cyclopropan-dicarbonssäure-monoamid		97	127.5 - 129.5
18	3,3-Dimethyl-N-(3',5'-dichlorphenyl)-cyclopropan-dicarbonssäure-monoamid		97	134.5 - 137.0
19	1,3- oder 2,3-Dimethyl-N-(3',5'-dibromphenyl)-cyclopropan-dicarbonssäure-monoamid		95	161.0 - 162.5
20	1,3- oder 2,3-Dimethyl-N-(3',5'-diiodphenyl)-cyclopropan-dicarbonssäure-monoamid		98	170 - 172

Beispiel 21

N-(3,5-Dichlorphenyl)-glutarimid

Ein Gemisch aus 27,6 g N-(3,5-Dichlorphenyl)-glutarsäuremonoamid, 50 g Essigsäureanhydrid und 1 g wasserfreiem Natriumacetat wird in einem 100 ml fassenden Viehalskolben 1 Stunde auf 80 bis 90°C erhitzt und gerührt. Danach werden Essigsäure und Essigsäureanhydrid unter vermindertem Druck abdestilliert, und der Rückstand wird mit Wasser gewaschen und getrocknet. Ausbeute 24,8 g weisse Kristalle vom Fp. 172,5 bis 174,5°C.

Beispiel 22

N-(3,5-Dibromphenyl)-glutarimid

36,5 g N-(3,5-Dibromphenyl)-glutarsäuremonoamid werden in einen 50 ml fassenden Claisen-Kolben gegeben und 30 Minuten auf 170 bis 180°C erhitzt. Das entstehende Wasser wird abdestilliert. Das Rohprodukt wird aus einer Mischung von Äthanol und Benzol umkristallisiert. Ausbeute 28,4 g weisse Kristalle vom Fp. 151,5 bis 153,5°C.

Beispiel 23

N-(3,5-Dijodphenyl)-glutarimid

Ein Gemisch aus 23,0 g N-(3,5-Dijodphenyl)-glutarsäuremonoamid, 50 g Essigsäureanhydrid und 1 g wasserfreiem Natriumacetat wird in einem 100 ml fassenden Vierhalskolben eine Stunde auf 80 bis 90°C erhitzt und gerührt. Danach werden Essigsäure und Essigsäureanhydrid unter vermindertem Druck abdestilliert, und der Rückstand wird mit Wasser gewaschen und getrocknet. Ausbeute 21,2 g weisse Kristalle vom Fp. 177 bis 178,5°C.

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Beispiele 24 bis 28

Standardverfahrensvorschrift zur Herstellung der Verbindungen der Erfindung

Ein Gemisch aus 0,1 Mol eines N-Phenylphthalsäuremonoamids, 50 g Essigsäureanhydrid und 1 g wasserfreiem Natriumacetat wird in einem 100 ml fassenden Vierhalskolben 1 Stunde auf 80 bis 100°C erhitzt und gerührt. Danach werden Essigsäure und Essigsäureanhydrid unter vermindertem Druck abdestilliert, und der Rückstand wird mit Wasser gewaschen und getrocknet. Man erhält in guter Ausbeute das entsprechende N-Phenylphthalimid der allgemeinen Formel I. Zur Reinigung kann das Produkt aus Äthanol umkristallisiert werden.

Die verfahrensgemäss eingesetzten N-Phenylphthalsäuremonoamide lassen sich durch Acylierung des entsprechenden Anilins mit dem entsprechenden Phthalsäureanhydrid herstellen. Typische Beispiele für verwendbare Phthalsäureanhydride und Aniline sind nachstehend aufgeführt:

Phthalsäureanhydride:

- 1,2-Dihydrophthalsäureanhydrid,
- 1,4-Dihydrophthalsäureanhydrid,
- 1,6-Dihydrophthalsäureanhydrid,
- 3,4-Dihydrophthalsäureanhydrid,
- 3,6-Dihydrophthalsäureanhydrid,
- 4,5-Dihydrophthalsäureanhydrid,
- 1,2,3,4-Tetrahydrophthalsäureanhydrid,
- 1,2,3,6-Tetrahydrophthalsäureanhydrid,
- 1,4,5,6-Tetrahydrophthalsäureanhydrid,
- 3,4,5,6-Tetrahydrophthalsäureanhydrid,
- Hexahydrophthalsäureanhydrid.

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Aniline:

3,5-Difluoranilin,
3,5-Dichloranilin,
3,5-Dibromanilin,
3,5-Dijodanilin.

Die verfahrensgemäss hergestellten Verbindungen sind in der nachstehenden Tabelle aufgeführt.

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle XLI

Bei- spiel Nr.	Ausgangsverbin- dung	P r o d u k t		
		Formel	Fp, °C	Aus- beute, %
24			96 - 97	96
25			174 - 176	94
26			204 - 205	97
27			112.5 - 115	95
28			112 - 115	93

109840/1786

ORIGINAL INSPECTED

Beispiele 29 bis 32

Standardverfahrensvorschrift

Ein Gemisch aus 0,1 Mol eines N-(3,5-Dihalogenphenyl)-bernsteinsäuremonoamid, 50 ml Essigsäureanhydrid und 1 g wasserfreiem Natriumacetat wird in einem 100 ml fassenden Vierhalskolben 1 Stunde auf 80 bis 100°C erhitzt und gerührt. Danach werden Essigsäure und Essigsäureanhydrid unter vermindertem Druck abdestilliert, und der Rückstand wird mit Wasser gewaschen und getrocknet. Man erhält in guter Ausbeute das entsprechende N-(3,5-Dihalogenphenyl)-succinimid der allgemeinen Formel I. Zur Reinigung kann die Verbindung aus Äthanol umkristallisiert werden.

Die verfahrensgemäss eingesetzten N-(3,5-Dihalogenphenyl)-bernsteinsäuremonoamide können durch Acylierung des entsprechenden Anilins mit dem entsprechenden Bernsteinsäureanhydrid hergestellt werden. Typische Beispiele für verwendbare Bernsteinsäureanhydride und Aniline sind nachstehend aufgeführt.

Bernsteinsäureanhydride:

2,3-Dimethylbernsteinsäureanhydrid,
2-Äthyl-3-methylbernsteinsäureanhydrid,
2,3-Diäthylbernsteinsäureanhydrid,
2-Methyl-3-propylbernsteinsäureanhydrid und
2,3-Dipropylbernsteinsäureanhydrid.

Aniline:

3,5-Difluoranilin,
3,5-Dichloranilin,
3,5-Dibromanilin und
3,5-Dijodanilin.

Die verfahrensgemäss hergestellten Verbindungen sind in der nachstehenden Tabelle wiedergegeben.

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle XLII

Bei- spiel Nr.	Ausgangsver- bindung	P r o d u k t		
		Formel	Fp., °C	Aus- beute,
29	$ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{CHCOOH} \\ \\ \text{CH}_3\text{CHCONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2 \end{array} $	$ \begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{CH}_3-\text{CH}-\text{C}-\text{N}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2 \\ \quad \quad \\ \text{CH}_3-\text{CH}-\text{C} \\ \\ \text{O} \end{array} $	110 - 116°C	96
30	$ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{CHCOOH} \\ \\ \text{CH}_3\text{CHCONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Br}_2 \end{array} $	$ \begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{CH}_3-\text{CH}-\text{C}-\text{N}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Br}_2 \\ \quad \quad \\ \text{CH}_3-\text{CH}-\text{C} \\ \\ \text{O} \end{array} $	125 - 132°C	93
31	$ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{CHCOOH} \\ \\ \text{CH}_3\text{CHCONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{I}_2 \end{array} $	$ \begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{CH}_3-\text{CH}-\text{C}-\text{N}-\text{C}_6\text{H}_3\text{I}_2 \\ \quad \quad \\ \text{CH}_3-\text{CH}-\text{C} \\ \\ \text{O} \end{array} $	137 - 140°C	95
32	$ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{CHCOOH} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{CHCONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2 \\ \text{or} \\ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{CHCONH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2 \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{CHCOOH} \end{array} \end{array} $	$ \begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{CH}_3-\text{CH}-\text{C}-\text{N}-\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2 \\ \quad \quad \\ \text{C}_2\text{H}_5-\text{CH}-\text{C} \\ \\ \text{O} \end{array} $	99 - 102°C	92

109840/1795

ORIGINAL INSPECTED

Beispiele 33 bis 37

Standardverfahrensvorschrift

Ein Gemisch aus 0,1 Mol eines N-(3',5'-Dihalogenphenyl)-bernsteinsäuremonoamids, 50 ml Essigsäureanhydrid und 1 g wasserfreiem Natriumacetat wird in einem 100 ml fassenden Vierhalskolben 1 Stunde auf 80 bis 100°C erhitzt und gerührt. Danach werden Essigsäure und Essigsäureanhydrid unter vermindertem Druck abdestilliert, und der Rückstand wird mit Wasser gewaschen und getrocknet. Man erhält in guter Ausbeute das entsprechende N-(3',5'-Dihalogenphenyl)-succinimid. Zur Reinigung kann die Verbindung aus Äthanol umkristallisiert werden.

Die verfahrensgemäss eingesetzten N-(3',5'-Dihalogenphenyl)-bernsteinsäuremonoamide / können durch Acylierung der entsprechenden Aniline mit dem entsprechenden Bernsteinsäureanhydrid hergestellt werden.

Typische Beispiele für verwendbare Bernsteinsäureanhydride und Aniline sind nachstehend aufgeführt.

Bernsteinsäureanhydride:

2-Fluorbernsteinsäureanhydrid,
2-Chlorbernsteinsäureanhydrid,
2-Brombernsteinsäureanhydrid,
2-Jodbernsteinsäureanhydrid,
2,3-Difluorbernsteinsäureanhydrid,
2,3-Dichlorbernsteinsäureanhydrid,
2,3-Dibrombernsteinsäureanhydrid,
2,3-Dijodbernsteinsäureanhydrid und
Bernsteinsäureanhydrid.

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Aniline:

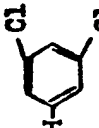
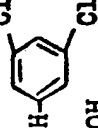
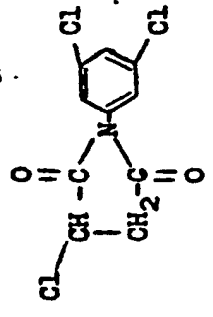
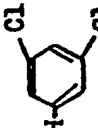
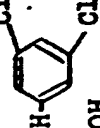
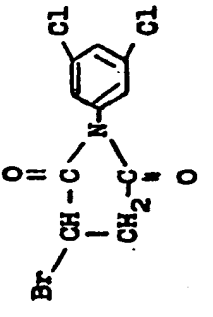
3,5-Difluoranilin,
3,5-Dichloranilin,
3,5-Dibromanilin und
3,5-Dijodanilin.

Die verfahrensgemäss hergestellten Verbindungen sind in der
nachstehenden Tabelle wiedergegeben.

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle XLIII

Bei- spiel- Nr.	Ausgangsver- bindung	P r o d u k t		
		Formel	Fp., °C	Aus- beute, %
33	$\text{Cl}-\text{CHCOOH}$ CH_2CONH  Or $\text{Cl}-\text{CHCONH}$  CH_2COOH		128.5 — 129.5°C	94
34	$\text{Br}-\text{CHCOOH}$ CH_2CONH  Or $\text{Br}-\text{CHCONH}$  CH_2COOH		132 — 136°C	93

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

35			188 — 190°C	90
36	 Or		153.0 — 156.0°C	90
37			186 — 190°C	91

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Beispiele 38 bis 47

Standardverfahrensvorschrift

Ein Gemisch aus 0,1 Mol eines N-Phenylmaleinimids, 0,1 Mol eines IV, in der R. " ein Alkylthioest ist Mercaptans der allgemeinen Formel / und 100 ml Benzol wird in einem 200 ml fassenden Vierhalskolben unter Rühren mit 5 ml Benzol versetzt, das eine katalytische Menge Triäthylamin enthält. Das Gemisch wird weitere 30 Minuten gerührt, danach wird das Benzol unter vermindertem Druck abdestilliert. Man erhält in guter Ausbeute das entsprechende N-Phenylsuccinimid der allgemeinen Formel I. Zur Reinigung kann das Produkt aus einer Mischung von Benzol und Ligroin umkristallisiert werden. Typische Beispiele für verwendbare N-Phenylmaleinimide und Mercaptane sind nachstehend aufgeführt.

N-Phenylmaleinimide:

N-(3,5-Difluorphenyl)-maleinimid,
N-(3,5-Dichlorphenyl)-maleinimid,
N-(3,5-Dibromphenyl)-maleinimid, und
N-(3,5-Dijodphenyl)-maleinimid.

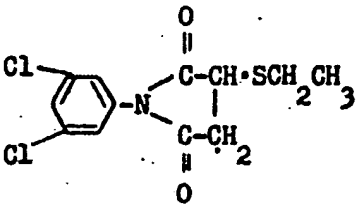
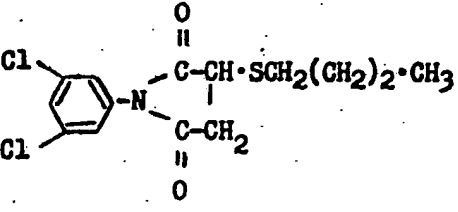
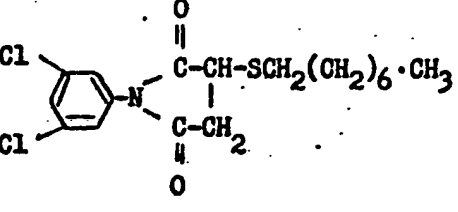
Mercaptane:

Methylmercaptan, Äthylmercaptan, n-Propylmercaptan, Isopropylmercaptan, n-Butylmercaptan, Isobutylmercaptan, tert.-Butylmercaptan, n-Amylmercaptan, Isoamylmercaptan, tert.-Amylmercaptan, act-Amylmercaptan, Hexylmercaptan, Heptylmercaptan, Octylmercaptan, Nonylmercaptan, Decylmercaptan, Thiophenol, o-Thiocresol, m-Thiocresol, p-Thiocresol, o-Chlorthiophenol, m-Chlorthiophenol, p-Chlorthiophenol, p-Nitrothiophenol, Benzylmercaptan, Allylmercaptan und Thioessigsäure.

109840/1796

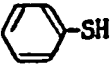
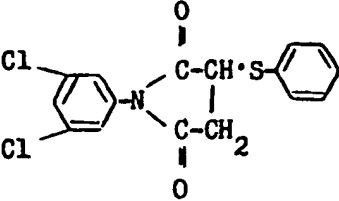

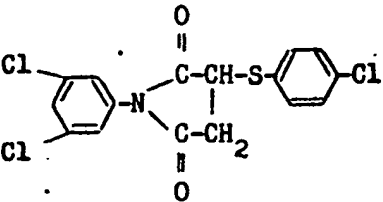

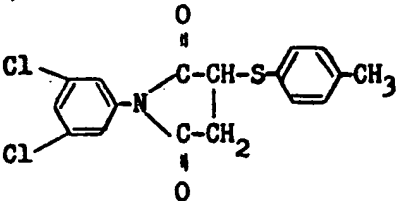

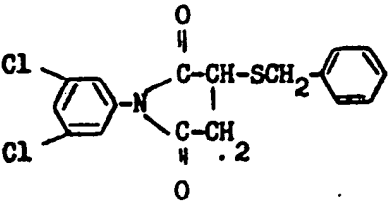
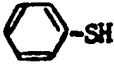
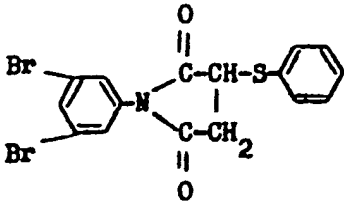

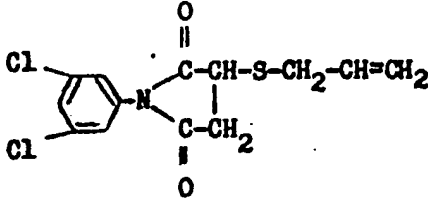
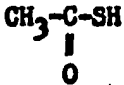
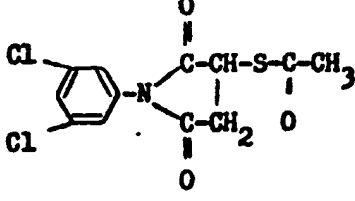
Die verfahrensgemäss hergestellten Verbindungen sind in der nachstehenden Tabelle aufgeführt.

Tabelle XLIV

Bei- spiel Nr.	Mercaptan	P r o d u k t		
		Formel	Aus- beute, %	Fp./Kp., °C
38	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{SH}$		85	Fp. 104 - 106
39	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2\text{SH}$		83	Fp. 60 - 61.5
40	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{CH}_2\text{SH}$		86	Fp. 47 - 51

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

41			95	Fp. 150 - 151
42			90	Fp. 119 - 120.5
43			90	Fp. 145 - 147
44			85	Kp. 0.1mmHg 197 - 200
45			93	Fp. 159.5 - 161
46			93	Fp. 81 - 82
47			95	Fp. 129.5 -131.0

10984071796

Beispiele 48 bis 52

Standardverfahrensvorschrift

Ein Gemisch aus 0,1 Mol eines N-Phenylmaleinimids, 0,1 Mol eines Amins der allgemeinen Formel IV, in der R_1 ein Dialkylamino-, cyclisch sekundärer Amino- oder ein heterocyclischer Aminorest ist, und 100 ml Benzol wird in einem 200 ml fassenden Vierhalskolben 1 Stunde gerührt und erwärmt. Danach wird das Benzol unter vermindertem Druck abdestilliert. Man erhält in guter Ausbeute das entsprechende N-Phenylsuccinimid der allgemeinen Formel I. Zur Reinigung kann die Verbindung aus einer Mischung von Benzol und Ligroin umkristallisiert werden.

Typische Beispiele für verfahrensgemäss verwendbare N-Phenylmaleinimide und Amine sind nachstehend aufgeführt:

N-Phenylmaleinimide:

N-(3,5-Difluorphenyl)-maleinimid, N-(3,5-Dichlorphenyl)-maleinimid, N-(3,5-Dibromphenyl)-maleinimid und N-(3,5-Dijodphenyl)-maleinimid.

Amine:

Dimethylamin, Diäthylamin, Di-n-propylamin, Di-n-butylamin, Di-isobutylamin, Di-n-amylamin, Di-isoamylamin, Dihexylamin, Dicyclohexylamin, Diphenylamin, Pyrrolidin, Piperidin und Morpholin.

Die verfahrensgemäss hergestellten Verbindungen sind in der nachstehenden Tabelle aufgeführt.

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle XLV

Bei- spiel Nr.	Amin	P r o d u k t		
		Formel	Aus- beute	Fp., °C
48			83	95 - 96.5
49			85	89 - 91
50			87	85 - 87
51			90	118 - 121
52			98	209 - 210

Beispiele 53 bis 55

Standardverfahrensvorschrift

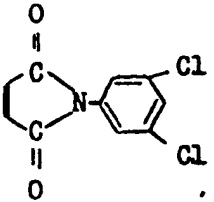
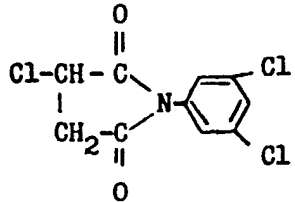
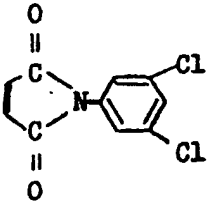
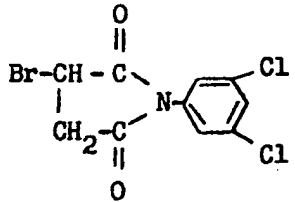
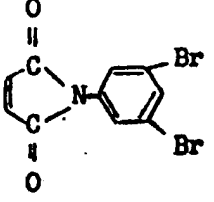
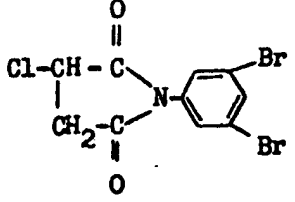
In eine Lösung von 0,1 Mol eines N-(3',5'-Dihalogenphenyl)-maleinimids in 100 ml Tetrahydrofuran wird 1 Stunde bei 25°C wasserfreier Chlorwasserstoff eingeleitet. Danach wird das Gemisch 3 Stunden gerührt. Nach beendeter Umsetzung wird das Lösungsmittel unter vermindertem Druck abdestilliert. Man erhält in guter Ausbeute das entsprechende N-(3,5-Dihalogenphenyl)-succinimid der allgemeinen Formel I. Zur Reinigung kann die Verbindung aus einer Mischung von Benzol und Äthanol umkristallisiert werden.

Beispiele für verfahrensgemäss verwendbare N-(3',5'-Dihalogenphenyl)-maleinimide sind:

N-(3',5'-Difluorphenyl)-maleinimid, N-(3',5'-Dichlorphenyl)-maleinimid, N-(3',5'-Dibromphenyl)-maleinimid und N-(3',5'-Dijodphenyl)-maleinimid.

Die verfahrensgemäss hergestellten Verbindungen sind in der nachstehenden Tabelle aufgeführt.

Tabelle XLVI

Bei- spiel Nr.	Ausgangsver- bindung	Halogen- wasser- Stoff	P r o d u k t		
			Formel	Fp., °C	Aus- beute, %
53		HCl		128.0 - 129.0°C	93
54		HBr		131 - 134°C	86
55		HCl		157 - 159.5°C	91

Beispiele 56 bis 57

Standardverfahrensvorschrift

0,1 Mol eines N-(3',5'-Dihalogenphenyl)-maleinsäuremonoamids in einem 100 ml fassenden Vierhalskolben werden tropfenweise und unter Rühren mit 50 g Thionylchlorid versetzt. Danach wird das Gemisch 1 Stunde unter Rückfluss gekocht und gerührt. Nach beendeter Umsetzung wird das Reaktionsgemisch in Eiswasser eingegossen, und überschüssiges Thionylchlorid zersetzt. Die sich abscheidenden Kristalle werden abfiltriert, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Man erhält in guter Ausbeute das entsprechende N-(3',5'-Dihalogenphenyl)-3-chlorsuccinimid der allgemeinen Formel I. Zur Reinigung kann die Verbindung aus einer Mischung von Benzol und Äthanol umkristallisiert werden.

Beispiele für verfahrensgemäss eingesetzte Maleinsäuremonoamide sind:

- N-(3',5'-Difluorphenyl)-maleinsäuremonoamid,
- N-(3',5'-Dichlorphenyl)-maleinsäuremonoamid,
- N-(3',5'-Dibromphenyl)-maleinsäuremonoamid und
- N-(3',5'-Dijodphenyl)-maleinsäuremonoamid.

Die verfahrensgemäss hergestellten Verbindungen sind in der nachstehenden Tabelle aufgeführt.

Tabelle XLVII

Bei- spiel Nr.	Ausgangsver- bindung	Dehydrati- sierungs- mittel	P r o d u k t		
			Formel	Fp., °C	Aus- beute, %
56	$\begin{array}{c} \text{CHCOOH} \\ \\ \text{CHCONH-} \end{array} \text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2$	Phosphor- penta- chlorid	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{Cl-CH-C} \\ \quad \diagup \\ \text{CH}_2\text{-C-N-C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2 \\ \\ \text{O} \end{array}$	127.0 -- 129.0°C	87
57	$\begin{array}{c} \text{CHCOOH} \\ \\ \text{CHCONH-} \end{array} \text{C}_6\text{H}_3\text{Br}_2$	Thionyl chlorid	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{Cl-CH-C} \\ \quad \diagup \\ \text{CH}_2\text{-C-N-C}_6\text{H}_3\text{Br}_2 \\ \\ \text{O} \end{array}$	152.5 -- 155.5°C	84

Beispiele 58 bis 61

Standardverfahrensvorschrift

Ein Gemisch aus 0,1 Mol eines N-Phenylsuccinimids und 100 ml Aceton wird in einen 300 ml fassenden Vierhalskolben mit 0,3 Mol 10 %-iger wässriger Wasserstoffperoxidlösung versetzt und 5 Stunden bei 50°C gerührt. Danach wird das Reaktionsgemisch in Eiswasser eingegossen, die sich abscheidenden Kristalle werden abfiltriert, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Man erhält in guter Ausbeute das entsprechende N-Phenylsuccinimid der allgemeinen Formel I.

Die verfahrensgemäss eingesetzten N-Phenylsuccinimide lassen sich nach üblichen Verfahren durch Umsetzung eines Mercaptans mit einem N-(3,5-Dihalogenphenyl)-maleinimid herstellen. Beispiele für verwendbare N-(3,5-Dihalogenphenyl)-maleinimide und Mercaptane sind nachstehend aufgeführt.

N-(3,5-Dihalogenphenyl)-maleinimide:

N-(3,5-Difluorphenyl)-maleinimid, N-(3,5-Dichlorphenyl)-maleinimid, N-(3,5-Dibromphenyl)-maleinimid und N-(3,5-Dijodphenyl)-maleinimid.

Mercaptane:

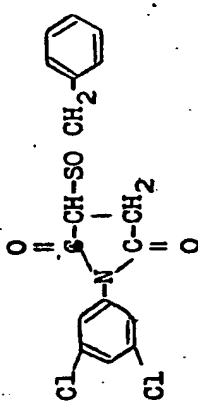
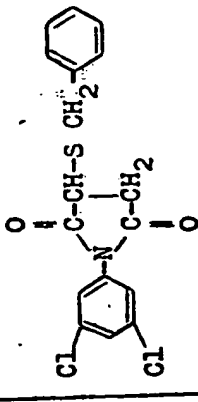
Methylmercaptan, Äthylmercaptan, n-Propylmercaptan, Isopropylmercaptan, n-Butylmercaptan, Isobutylmercaptan, tert.-Butylmercaptan, n-Amylmercaptan, Isoamylmercaptan, tert.-Amylmercaptan, act-Amylmercaptan, Hexylmercaptan, Heptylmercaptan, Octylmercaptan, Nonylmercaptan, Decylmercaptan und Benzylmercaptan.

Die verfahrensgemäss hergestellten Verbindungen sind in der nachstehenden Tabelle aufgeführt.

109840/1796

Tabelle XLVIII

Beispiel Nr.	Ausgangsverbindung	P r o d u k t		Aus- beu- te, %
		Formel	Sp., °C	
58			150- 151°C	95
59			143- 144°C	93
60			122- 124°C	92

96		162- 163.90
61		

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

Die Beispiele 62 bis 110 erläutern die Verwendung von Verbindungen der Erfindung in microbiciden Mitteln.

Beispiel 62

3 Teile 1-(3',5'-Dichlorphenyl)-3-phenylthio-2,5-pyrrolidindion und 97 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3 % Wirkstoff.

Beispiel 63

4 Teile 1-(3',5'-Dichlorphenyl)-3-äthylthio-2,5-pyrrolidindion und 96 Teile Talcum werden gründlich pulverisiert und gemischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 4 % Wirkstoff.

Beispiel 64

50 Teile 1-(3',5'-Dichlorphenyl)-3-(p-chlorphenylthio)-2,5-pyrrolidindion, 5 Teile eines Netzmittel vom Alkylbenzolsulfonattyp und 45 Teile Diatomeenerde werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein benetzbares Pulver mit 50 % Wirkstoff.

Beispiel 65

10 Teile 1-(3',5'-Dichlorphenyl)-3-diäthylamino-2,5-pyrrolidindion, 80 Teile Dimethylsulfoxid und 10 Teile eines Emulgators vom Polyoxyäthylenphenylphenoläthertyp werden miteinander zu einem emulgierbaren Konzentrat mit 10 % Wirkstoff vermischt. Zur Anwendung wird das Konzentrat mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 66

5 Teile 1-(3',5'-Dichlorphenyl)-3-n-butylthio-2,5-pyrrolidindion, 93,5 Teile Ton und 1,5 Teile eines Bindemittels vom Polyvinylal-

109840/1796

koholtyp werden gründlich pulverisiert und vermischt. Nach dem Verkneten mit Wasser wird das Gemisch granuliert und getrocknet. Man erhält ein Granulat mit 5 % Wirkstoff.

Beispiel 67

2 Teile 1-(3',5'-Dichlorphenyl)-3-pyrrolidin-2,5-pyrrolidindion, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylidithiophosphat, 0,1 Teile Kasugamycin und 96,4 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3,6 % Wirkstoff.

Beispiel 68

2 Teile 1-(3',5'-Dichlorphenyl)-3-p-tolylthio-2,5-pyrrolidin-dion, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylidithiophosphate, 2 Teile O,O-Dimethyl-O-(3-methyl-4-nitrophenyl)-thionophosphat, 1,5 Teile 3,4-Dimethylphenyl-N-methylcarbammat und 93 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 7 % Wirkstoff.

Beispiel 69

3 Teile N-(3',5'-Dichlorphenyl)-cyclopropandicarboximid und 97 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3 % Wirkstoff.

Beispiel 70

4 Teile N-(3',5'-Dibromphenyl)-cyclopropandicarboximid und 96 Teile Talcum werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 4 % Wirkstoff.

Beispiel 71

50 Teile 1,2-Dimethyl-N-(3',5'-dichlorphenyl)-cyclopropandicarboximid, 5 Teile eines Netzmittels von Alkylbenzolsulfonattyp

109840/1796

und 45 Teile Diatomeenerde werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein benetzbares Pulver mit 50 % Wirkstoff. Zur Anwendung wird das benetzbare Pulver mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 72

10 Teile 1,3-Dimethyl-N-(3',5'-dichlorphenyl)-cyclopropandicarboximid, 80 Teile Dimethylsulfoxid und 10 Teile eines Emulgators vom Polyoxyäthylenphenylphenoläthertyp werden miteinander zu einem emulgierbaren Konzentrat mit 10 % Wirkstoff vermischt. Zur Anwendung wird das Konzentrat mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 73

5 Teile 1,3-Dimethyl-N-(3',5'-dibromphenyl)-cyclopropandicarboximid, 93,5 Teile Ton und 1,5 Teile eines Bindemittels vom Polyvinylalkoholtyp werden gründlich pulverisiert und vermischt. Das Gemisch wird mit Wasser verknetet, anschliessend granuliert und getrocknet. Man erhält ein Granulat mit 5 % Wirkstoff.

Beispiel 74

3,6 Teile 1,3-Dimethyl-N-(3',5'-dijodphenyl)-cyclopropandicarboximid, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylthiophosphat, 0,1 Teile Kasugamycin und 96,4 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3,6 % Wirkstoff.

Beispiel 75

7 Teile N-(3',5'-Dichlorphenyl)-cyclopropandicarboximid, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylthiophosphat, 2 Teile O,O-Dimethyl-O-(3-methyl-4-nitrophenyl)-thionophosphat, 1,5-Teile

3,4-Dimethylphenyl-N-methylcarbamat und 93 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 7 % Wirkstoffgehalt.

Beispiel 76

3 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-glutarimid und 97 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3 % Wirkstoff.

Beispiel 77

4 Teile N-(3,5-Dibromphenyl)-glutarimid und 96 Teile Talcum werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 4 % Wirkstoff.

Beispiel 78

50 Teile N-(3,5-Dijodphenyl)-glutarimid, 5 Teile eines Netzmittels vom Alkylbenzolsulfonattyp und 45 Teile Diatomeenerde werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein benetzbares Pulver mit 50 % Wirkstoff. Zur Anwendung wird das benetzbare Pulver mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 79

10 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-glutarimid, 80 Teile Dimethylsulfoxid und 10 Teile eines Emulgators vom Polyoxyäthylenphenylphenoläthertyp werden zu einem emulgierbaren Konzentrat mit 10 % Wirkstoffgehalt vermischt. Zur Anwendung wird das Konzentrat mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 80

5 Teile N-(3,5-Dibromphenyl)-glutarimid, 93,5 Teile Ton und 1,5 Teile eines Bindemittels vom Polyvinylalkoholtyp werden

gründlich pulverisiert und vermischt. Das Gemisch wird mit Wasser verknetet, anschliessend granuliert und getrocknet. Man erhält ein Granulat mit 5 % Wirkstoffgehalt.

Beispiel 81.

2 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-glutarimid, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzyldithiophosphat, 0,1 Teil Kasugamycin und 96,4 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3,6 % Wirkstoff.

Beispiel 82

2 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-glutarimid, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzyldithiophosphat, 2 Teile O,O-Dimethyl-O-(3-methyl-4-nitrophenyl)-thionophosphat und 1,5 Teile 3,4-Dimethylphenyl-N-methylcarbammat werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 7 % Wirkstoff.

Beispiel 83

3 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-imid von Δ^1 -Cyclohexendicarbon-säure und 97 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3 % Wirkstoffgehalt.

Beispiel 84

4 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-imid von Δ^1 -Cyclohexendicarbon-säure und 96 Teile Talcum werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 4 % Wirkstoff.

Beispiel 85

50 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-imid von $\Delta^{1,4}$ -Cyclohexadiendi-carbonsäure, 5 Teile eines Netzmittels vom Alkylbenzolsulfonat-typ und 45 Teile Diatomeenerde werden gründlich pulverisiert und

vermischt. Man erhält ein benetzbares Pulver mit 50 % Wirkstoff. Zur Anwendung wird das benetzbare Pulver mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 86

10 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-phthalimid, 80 Teile Dimethylsulf-oxid und 10 Teile eines Emulgators vom Polyoxyäthylenphenylphenoläthertyp werden miteinander zu einem emulgierbaren Konzentrat mit 10 % Wirkstoff verdünnt. Zur Anwendung wird das emulgierbare Konzentrat mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 87

5 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-imid von Cyclohexan-1,2-dicarbon-säure, 93,5 Teile Ton und 1,5 Teile eines Bindemittels vom Poly-vinylalkoholtyp werden gründlich pulverisiert und vermischt. Das Gemisch wird mit Wasser verknetet, dann granuliert und ge-trocknet. Man erhält ein Granulat mit 5 % Wirkstoff.

Beispiel 88

2 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-imid von Δ^1 -Cyclohexendicarbon-säure, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylidithiophosphat, 0,1 Teile Kasugamycin und 96,4 Teile Ton werden gründlich pul-verisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3,6 % Wirkstoff.

Beispiel 89

2 Teile N-(3,5-Dibromphenyl)-imid von Δ^1 -Cyclohexendicarbon-säure, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylidithiophosphat, 2 Teile O,O-Dimethyl-O-(3-methyl-4-nitrophenyl)-thionophosphat, 1,5 Teile 3,4-Dimethylphenyl-N-methylcarbamat und 93 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäu-

bemittel mit 7 % Wirkstoff.

Beispiel 90

3 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)- α , β -dimethylsuccinimid und 97 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3 % Wirkstoff.

Beispiel 91

4 Teile N-(3,5-Dibromphenyl)- α , β -dimethylsuccinimid und 96 Teile Talcum werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 4 % Wirkstoff.

Beispiel 92

50 Teile N-(3,5-Dijodphenyl)- α , β -dimethylsuccinimid, 5 Teile eines Netzmittels vom Alkylbenzolsulfonattyp und 45 Teile Diatomeenerde werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein benetzbares Pulver mit 50 % Wirkstoff. Zur Anwendung wird das benetzbare Pulver mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 93

10 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)- α , β -dimethylsuccinimid, 80 Teile Dimethylsulfoxid und 10 Teile eines Emulgators vom Polyoxyäthylenphenylphenoläthertyp werden miteinander zu einem emulgierbaren Konzentrat mit 10 % Wirkstoff vermischt. Zur Anwendung wird das Konzentrat mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 94

5 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)- α , β -dimethylsuccinimid, 93,5 Teile Ton und 1,5 Teile eines Bindemittels vom Polyvinylalkoholtyp werden gründlich pulverisiert und vermischt. Das Gemisch wird mit Wasser verknetet, dann granuliert und getrocknet. Man erhält ein

Granulat mit 5 % Wirkstoff.

Beispiel 95

2 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)- α , β -dimethylsuccinimid, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylthiophosphat, 0,1 Teile Kasugamycin und 96,4 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3,6 % Wirkstoff.

Beispiel 96

2 Teile N-(3,5-Dibromphenyl)- α , β -dimethylsuccinimid, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylthiophosphat, 2 Teile O,O-Dimethyl-O-(3-methyl-4-nitrophenyl)-thionophosphat, 1,5 Teile 3,4-Dimethylphenyl-N-methylcarbamate und 93 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 7 % Wirkstoff.

Beispiel 97

3 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-chlorsuccinimid und 97 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3 % Wirkstoff.

Beispiel 98

4 Teile N-(3,5-Dibromphenyl)-bromsuccinimid und 96 Teile Talcum werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 4 % Wirkstoff.

Beispiel 99

50 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)- α , β -dichlorsuccinimid, 5 Teile eines Netzmittels vom Alkylbenzolsulfonattyp und 45 Teile Diatomeenerde werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein benetzbares Pulver mit 50 % Wirkstoff. Zur Anwendung

wird das Pulver mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 100

10 Teile N-(3,5-Dibromphenyl)-chlorsuccinimid, 80 Teile Dimethylsulfoxid und 10 Teile eines Emulgators vom Polyoxyäthylphenylphenoläthertyp werden miteinander zu einem emulgierbaren Konzentrat mit 10 % Wirkstoff vermischt. Zur Anwendung wird das Konzentrat mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 101

5 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)- α , β -dibromsuccinimid, 93,5 Teile Ton und 1,5 Teile eines Bindemittels vom Polyvinylalkoholtyp werden gründlich pulverisiert und vermischt. Das Gemisch wird mit Wasser verknetet, dann granuliert und getrocknet. Man erhält ein Granulat mit 5 % Wirkstoff.

Beispiel 102

2 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-chlorsuccinimid, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylthiophosphat, 0,1 Teile Kasugamycin und 96,4 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3,6 % Wirkstoff.

Beispiel 103

2 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)- α , β -dichlorsuccinimid, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylthiophosphat, 2 Teile O,O-Dimethyl-O-(3-methyl-4-nitrophenyl)-thionophosphat, 1,5 Teile 3,4-Dimethylphenyl-N-methylcarbammat und 93 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 7 % Wirkstoff.

Beispiel 104

3 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-äthylsulfinylsuccinimid und 97 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3 % Wirkstoff.

Beispiel 105

4 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-n-octylsulfinylsuccinimid und 96 Teile Talcum werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 4 % Wirkstoff.

Beispiel 106

50 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-benzylsulfinylsuccinimid, 5 Teile eines Netzmittels vom Alkylbenzolsulfonattyp und 45 Teile Diatomeenerde werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein benetzbares Pulver mit 50 % Wirkstoff. Zur Anwendung wird das benetzbare Pulver mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 107

10 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-n-octylsulfinylsuccinimid, 80 Teile Dimethylsulfoxid und 10 Teile eines Emulgators vom Polyoxy-äthylenphenylphenoläthertyp werden miteinander zu einem emulgierbaren Konzentrat mit 10 % Wirkstoff vermischt. Zur Anwendung wird das Konzentrat mit Wasser verdünnt und verspritzt.

Beispiel 108

5 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-n-octylsulfinylsuccinimid, 93,5 Teile Ton und 1,5 Teile eines Bindemittels vom Polyvinylalkoholtyp werden gründlich pulverisiert und vermischt. Das Gemisch wird mit Wasser verknetet, dann granuliert und getrocknet. Man erhält ein Granulat mit 5 % Wirkstoff.

Beispiel 109

2 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-benzylsulfinylsuccinimid, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylidithiophosphat, 0,1 Teile Kasugamycin und 96,4 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 3,6 % Wirkstoff.

Beispiel 110

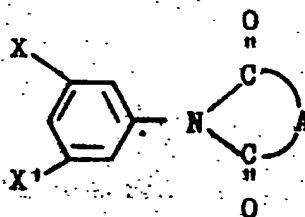
2 Teile N-(3,5-Dichlorphenyl)-äthylsulfinylsuccinimid, 1,5 Teile O-n-Butyl-S-äthyl-S-benzylidithiophosphat, 2 Teile O,O-Dimethyl-O-(3-methyl-4-nitrophenyl)-thionophosphat, 1,5 Teile 3,4-Dimethylphenyl-N-methylcarbamate und 93 Teile Ton werden gründlich pulverisiert und vermischt. Man erhält ein Stäubemittel mit 7 % Wirkstoff.

109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

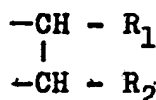
P a t e n t a n s p r ü c h e

1. N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imide der allgemeinen Formel I,



(I)

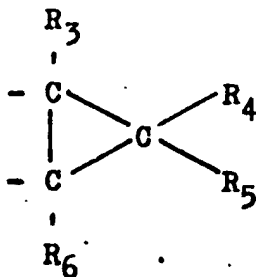
in der X und X' Halogenatome bedeuten und A eine substituierte Äthylengruppe der allgemeinen Formel



ist, in der R_1 einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen, ein Halogenatom, einen Alkylthiorest mit 1 bis 10 C-Atomen, einen niederen Alkenylthio- oder Acylthiorest, einen Aralkylthio-, Phenylthio-, halogenierten Phenylthio-, methylierten Phenylthio- oder nitrierten Phenylthiorest, einen Dialkylaminorest mit 1 bis 6 C-Atomen in den Alkylresten, den Rest eines cyclischen sekundären Amins mit 4 oder 5 C-Atomen, die Morpholinogruppe, einen Alkylsulfinylrest mit 1 bis 10 C-Atomen oder einen Aralkylsulfinylrest und R_2 ein Wasserstoff- oder Halogenatom oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen bedeutet, mit der Massgabe, dass R_1 ein Alkylrest ist, falls R_2 ein Alkylrest ist, R_1 ein Halogenatom ist, falls R_2 ein Halogenatom ist und R_1 ein anderer der genannten Reste als ein Alkylrest ist, falls R_2 ein Wasserstoffatom ist, oder A eine Cyclopropylengruppe der allgemeinen Formel

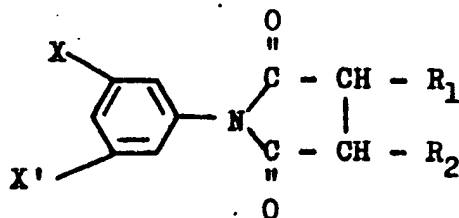
109840/1796

ORIGINAL INSPECTED



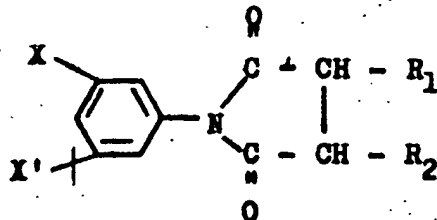
ist, in der R_3 , R_4 , R_5 und R_6 , die gleich oder verschieden sind, Wasserstoffatome oder Alkylreste mit 1 bis 4 C-Atomen bedeuten, oder A eine Trimethylen-, Cyclohexylen-1,2-, Cyclohexenylen-1,2-, Cyclohexadienylen-1,2- oder o-Phenylengruppe bedeutet.

2. N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imide der allgemeinen Formel



in der X und X' jeweils Halogenatome bedeuten, R_1 ein Alkylthio- rest mit 1 bis 4 C-Atomen, ein Alkylsulfinylrest mit 1 bis 4 C-Atomen, die Benzylthio- oder Benzylsulfinylgruppe, eine halogenierte Phenylthio-, Acetylthio- oder Allylthiogruppe ist und R_2 ein Wasserstoffatom bedeutet.

3. N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imide der allgemeinen Formel

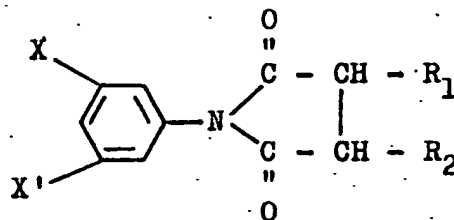


in der X und X' Halogenatome bedeuten, R_1 ein Alkylrest mit 1 oder 2 C-Atomen oder ein Chloratom und R_2 ein Wasserstoffatom oder ein Alkylrest mit 1 oder 2 C-Atomen ist.

109840/1788

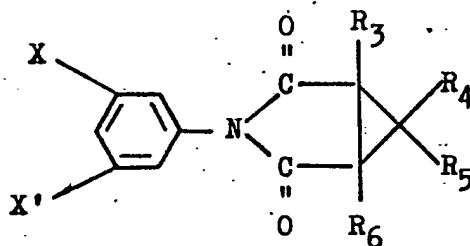
ORIGINAL INSPECTED

4. N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imide der allgemeinen Formel



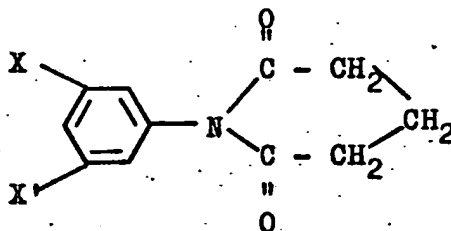
in der X und X' Halogenatome bedeuten, R_1 ein Dialkylamino-
rest mit 1 bis 6 C-Atomen in den Alkylresten ist und R_2 ein Was-
serstoffatom bedeutet.

5. N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imide der allgemeinen Formel



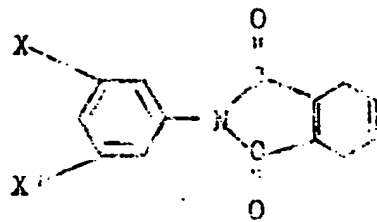
in der X und X' Halogenatome bedeuten, R_3 , R_4 und R_6 , die gleich
oder verschieden sind, Wasserstoffatome oder Methylgruppen sind,
und R_5 ein Wasserstoffatom bedeutet.

6. N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imide der allgemeinen Formel



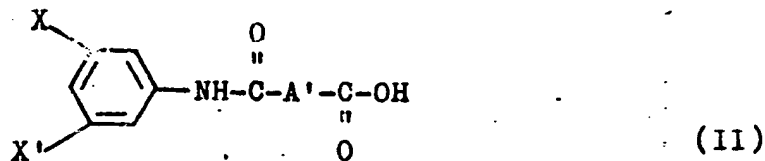
in der X und X' Halogenatome bedeuten.

7. N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imide der allgemeinen Formel

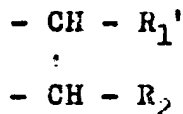


in der X und X' Halogenatome bedeuten.

8. Verfahren zur Herstellung der Verbindungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man entweder ein Mono-N-(3,5-dihalogphenyl)-amid einer Dicarbonsäure der allgemeinen Formel



in der X und X' die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben und A' eine substituierte Äthylengruppe der allgemeinen Formel

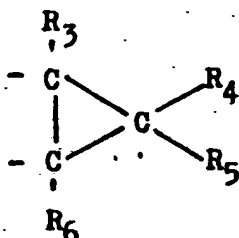


in der R_1' einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen, ein Halogenatom, einen Alkylthiorest mit 1 bis 10 C-Atomen, einen niederen Alkenylthio- oder Acylthiorest, einen Aralkylthio-, Phenylthio-, halogenierten Phenylthio-, methylierten Phenylthio- oder nitrerten Phenylthiorest, einen Dialkylaminorest mit 1 bis 6 C-Atomen in den Alkylresten, den Rest eines cyclischen sekundären Amins mit 4 oder 5 C-Atomen oder die Morpholinogruppe bedeutet und R_2 die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung hat, mit der Massgabe, dass R_1' ein Alkylrest ist, falls R_2 ein Alkylrest ist, R_1' ein Halogenatom ist, falls R_2 ein Halogenatom ist, und R_1' ein anderer der genannten Reste als ein Alkylrest ist, falls

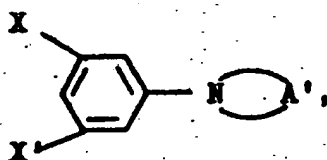
109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

R_2 ein Wasserstoffatom ist, oder A' eine Cyclopropylengruppe der allgemeinen Formel

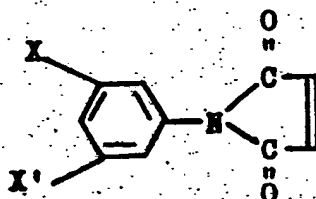


in der R_3 , R_4 , R_5 und R_6 die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben, oder A' eine Trimethylen-, Cyclohexylen-1,2-, Cyclohexenylen-1,2-, Cyclohexadienylen-1,2- oder o-Phenylengruppe bedeutet, in Gegenwart oder Abwesenheit eines Dehydratisierungsmittels/erhitzt auf 20 bis 250°C unter Bildung eines N-(3,5-Dihalogenphenyl)-imids der allgemeinen Formel Ia



(Ia)

in der X , X' und A' die vorstehende Bedeutung haben, oder (b) ein N-(3,5-Dihalogenphenyl)-maleinimid der allgemeinen Formel III



(III)

in der X und X' die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben, mit einer Verbindung der allgemeinen Formel IV



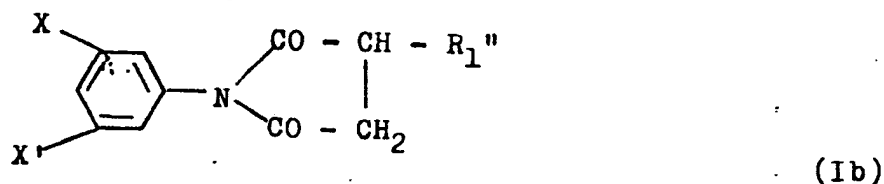
(IV)

in der R_1^* einen Alkylthioerest mit 1 bis 10 C-Atomen, einen

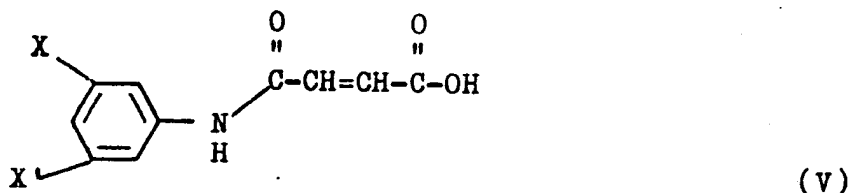
109840/1796

ORIGINAL INSPECTED

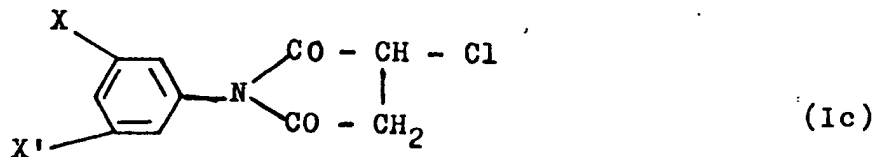
Aralkylthio-, Phenylthio-, halogenierten Phenylthio-, methylierten Phenylthio- oder nitrierten Phenylthio-est, einen Dialkylaminorest mit 1 bis 6 C-Atomen in den Alkylresten, den Rest eines cyclischen sekundären Amins mit 4 oder 5 C-Atomen, die Morpholinogruppe oder ein Halogenatom bedeutet, kondensiert, unter Bildung eines N-(3,5-Dihalogenphenyl)-succinimids der allgemeinen Formel Ib



in der X, X' und R₁'' die vorstehende Bedeutung haben, oder
(c) ein N-(3,5-Dihalogenphenyl)-maleinsäuremonoamid der allgemeinen Formel V

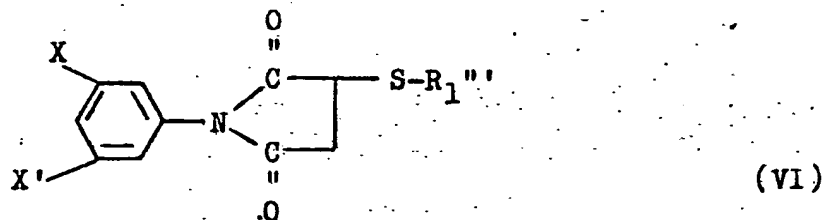


in der X und X' die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben, mit Phosphorpentachlorid oder Thionylchlorid unter Bildung eines N-(3,5-Dihalogenphenyl)-chlorsuccinimids der allgemeinen Formel Ic

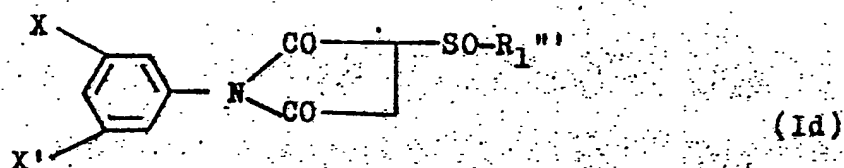


cyclisiert, in der X und X' die vorstehende Bedeutung haben, oder

(d) ein N-(3,5-Dihalogenphenyl)-succinimid der allgemeinen Formel VI



in der X und X' die vorstehende Bedeutung haben und R_1''' ein Alkylrest mit 1 bis 10 C-Atomen, ein Alkenyl- oder Aralkylrest ist, mit mindestens einer stöchiometrischen Menge eines Oxydationsmittels unter Bildung eines N-(3,5-Dihalogenphenyl)-succinimids der allgemeinen Formel Id



oxydiert, in der X, X' und R_1''' die vorstehende Bedeutung haben.

9. Verfahren nach Anspruch 8 (a), dadurch gekennzeichnet, dass man die Verbindung der allgemeinen Formel II auf Temperaturen von 20 bis 150°C in Gegenwart eines Dehydratisierungsmittels erhitzt.

10. Verfahren nach Anspruch 8 (a), dadurch gekennzeichnet, dass man die Verbindung der allgemeinen Formel II auf Temperaturen von 150 bis 250°C in Abwesenheit eines Dehydratisierungsmittels erhitzt.

11. Verfahren nach Anspruch 8 (a) und 9, d a d u r c h g e -
k e n n z e i c h n e t, dass man als Dehydratisierungsmittel
ein Säureanhydrid, Phosphorpentachlorid, Phosphoroxychlorid,
Phosphorpentoxid, Acetylchlorid oder Thionylchlorid verwendet.

12. Verfahren nach Anspruch 8 (b), d a d u r c h g e -
k e n n z e i c h n e t, dass man die Verbindung der allgemei-
nen Formel III mit einem Mercaptan oder einem Amin der allgemei-
nen Formel IV in Gegenwart einer katalytischen Menge einer Base
zur Umsetzung bringt.

13. Verfahren nach Anspruch 8 (d), d a d u r c h g e k e n n -
z e i c h n e t, dass man die Verbindung der allgemeinen Formel
VI mit mindestens einer stöchiometrischen Menge Wasserstoffper-
oxid, Perameisensäure, Peressigsäure, Perbenzoesäure, Chromsäure
oder einem Permanganat oxidiert.

14. Verfahren nach Anspruch 8, d a d u r c h g e k e n n -
z e i c h n e t, dass die Umsetzung/^{en}(a) bis (d) in Gegenwart
eines Lösungsmittels durchgeführt werden.

15. Verwendung der Verbindungen nach Anspruch 1 als Microbicide.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☐ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.